

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-261796

(43)Date of publication of application : 24.09.2004

(51)Int.Cl.

B01J 20/26  
A61F 5/44  
A61F 13/15  
A61F 13/49  
A61F 13/53  
A61L 15/60  
C08K 5/098  
C08L101/14

(21)Application number : 2004-032489

(71)Applicant : NIPPON SHOKUBAI CO LTD

(22)Date of filing : 09.02.2004

(72)Inventor :  
ADACHI YOSHIJI  
KITANO TAKAHIRO  
FUJIMARU HIROYOSHI  
NOGI KOZO

(30)Priority

Priority number : 2003032750 Priority date : 10.02.2003 Priority country : JP

(54) PARTICULATE WATER ABSORBENT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a particulate water absorbent which exhibits excellent absorption performance, an absorptive article using the same and a method for manufacturing the particulate water absorbent.

SOLUTION: The particulate water absorbent includes a particulate water absorbent resin having a crosslinking structure in its interior and having a crosslinking structure on its surface and includes a polyvalent metal salt of an organic acid of  $\geq 7$  carbon atoms in the molecule at 0.001 to <10 mass%. Further, particles having a particle size of 106 to <850  $\mu\text{m}$  are included in the particulate water absorbent at  $\geq 90$  mass% of the particulate water absorbent.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-261796

(P2004-261796A)

(43) 公開日 平成16年9月24日(2004.9.24)

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>

F I

テーマコード (参考)

B 0 1 J 20/26

B 0 1 J 20/26

D

3 B 0 2 9

A 6 1 F 5/44

A 6 1 F 5/44

H

4 C 0 0 3

A 6 1 F 13/15

C 0 8 K 5/098

4 C 0 9 8

A 6 1 F 13/49

C 0 8 L 101/14

4 G 0 6 6

A 6 1 F 13/53

A 4 1 B 13/02

D

4 J 0 0 2

審査請求 未請求 請求項の数 16 O L (全 41 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2004-32489 (P2004-32489)

(22) 出願日 平成16年2月9日(2004.2.9)

(31) 優先権主張番号 特願2003-32750 (P2003-32750)

(32) 優先日 平成15年2月10日(2003.2.10)

(33) 優先権主張国 日本国(JP)

(71) 出願人 000004628

株式会社日本触媒

大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号

(74) 代理人 100080034

弁理士 原 謙三

(72) 発明者 足立 芳史

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地

の1 株式会社日本触媒内

(72) 発明者 北野 貴洋

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地

の1 株式会社日本触媒内

(72) 発明者 藤丸 洋圭

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地

の1 株式会社日本触媒内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粒子状吸水剤

(57) 【要約】

【課題】 優れた吸収性能を発揮する粒子状吸水剤及びそれを用いた吸収物品、並びに粒子状吸水剤の製造方法を提供する。

【解決手段】 粒子状吸水剤は、内部に架橋構造を有し、かつ、表面に架橋構造を有する粒子状の吸水性樹脂を含むとともに、分子内の炭素数が7個以上である有機酸の多価金属塩を、0.001質量%以上10質量%未満含んでいる。さらに、粒子状吸水剤には、106 $\mu$ m以上850 $\mu$ m未満の粒子径を有する粒子が、該粒子状吸水剤に対して90質量%以上含まれている。

【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

不飽和単量体を重合することによって得られる重合体の内部に架橋構造を有する吸水性樹脂を含む粒子状吸水剤であって、

上記吸水性樹脂は、表面に架橋構造を有する粒子状の吸水性樹脂であり、

当該粒子状吸水剤には、 $106\mu\text{m}$ 以上 $850\mu\text{m}$ 未満の粒子径を有する粒子が、該粒子状吸水剤に対して90質量%以上含まれているとともに、

さらに、分子内の炭素数が7個以上である有機酸の多価金属塩が、上記吸水性樹脂に対して0.001質量%以上10質量%未満含まれていることを特徴とする粒子状吸水剤。

## 【請求項2】

不飽和単量体を重合することによって得られる重合体の内部に架橋構造を有する吸水性樹脂を含む粒子状吸水剤であって、

上記吸水性樹脂は、表面に架橋構造を有する粒子状の吸水性樹脂であり、

さらに、分子内の炭素数が7個以上である有機酸の多価金属塩が、上記吸水性樹脂に対して0.001質量%以上10質量%未満含まれており、

吸湿流動性指数が90質量%以上100質量%以下であることを特徴とする粒子状吸水剤。

## 【請求項3】

不飽和単量体を重合することによって得られる重合体の内部に架橋構造を有する吸水性樹脂を含む粒子状吸水剤であって、

上記吸水性樹脂は、表面に架橋構造を有する粒子状の吸水性樹脂であり、

吸湿流動性指数Xが90質量%以上100質量%以下であり、

上記吸湿流動性指数X、及び、当該粒子状吸水剤に所定の衝撃力を与えた後の吸湿流動性指数Yによって、下記(式1)

$$\text{吸湿流動性保持指数} = Y/X \quad \cdots (\text{式1})$$

で規定される吸湿流動性保持指数が0.95以上であることを特徴とする粒子状吸水剤。

## 【請求項4】

さらに、分子内の炭素数が7個以上である有機酸の多価金属塩が、上記吸水性樹脂に対して0.001質量%以上10質量%未満含まれていることを特徴とする請求項3記載の粒子状吸水剤。

## 【請求項5】

上記有機酸の多価金属塩を構成する有機酸は、脂肪酸であることを特徴とする請求項1、2又は4に記載の粒子状吸水剤。

## 【請求項6】

上記有機酸の多価金属塩を構成する多価金属は、アルカリ土類金属及び／又は2価以上の遷移金属であることを特徴とする請求項1、2、4又は5に記載の粒子状吸水剤。

## 【請求項7】

上記有機酸の多価金属塩は、融点が $40^{\circ}\text{C}$ ～ $250^{\circ}\text{C}$ であるとともに、

$25^{\circ}\text{C}$ での脱イオン水1Lに対する溶解度が、 $0\text{g/L}$ 以上 $5\text{g/L}$ 以下であることを特徴とする請求項1、2、又は、4から6のいずれか1項に記載の粒子状吸水剤。

## 【請求項8】

上記有機酸の多価金属塩は、上記吸水性樹脂の表面に付着していることを特徴とする請求項1、2、又は、4から7のいずれか1項に記載の粒子状吸水剤。

## 【請求項9】

$2.06\text{kPa}$ の加圧下にて、0.9質量%塩化ナトリウム水溶液に浸漬した場合の吸収倍率が $20\text{g/g}$ 以上であるとともに、下記(式2)

$$\text{第一の加圧下吸収倍率保持指数} = Q1/P1 \quad \cdots (\text{式2})$$

(式中、P1は、所定の衝撃力を与える前の $2.06\text{kPa}$ の加圧下での吸収倍率であり、Q1は、所定の衝撃力を与えた後の $2.06\text{kPa}$ の加圧下での吸収倍率を表す)で規定される第一の加圧下吸収倍率保持指数、及び／又は、下記(式3)

第二の加圧下吸収倍率保持指数 $=Q2/P2$  (式3)

(式中、 $P1$ は、所定の衝撃力を与える前の4.83kPaの加圧下での吸収倍率であり  
(式中、 $Q1$ は、所定の衝撃力を与えた後の4.83kPaの加圧下での吸収倍率を表す)  
で規定される第二の加圧下吸収倍率保持指数が、0.90以上であることを特徴とする  
請求項1から8のいずれか1項に記載の粒子状吸水剤。

【請求項10】

不飽和単量体を重合することによって得られる重合体の内部に架橋構造を有する吸水性樹脂を含む粒子状吸水剤であって、

上記吸水性樹脂は、球状の一次粒子以外で、かつ、楕円球状の一次粒子以外の形状を有する粒子状の吸水性樹脂であり、

2.06kPaの加圧下にて、0.9質量%塩化ナトリウム水溶液に浸漬した場合の吸収倍率が20g/g以上であるとともに、

当該粒子状吸水剤に所定の深さまで挿入部材を挿入した場合に要する最大の荷重である最大挿入荷重が、0g重以上1,000g重以下であり、かつ、

当該粒子状吸水剤に所定の深さまで挿入部材を挿入した場合の仕事量である挿入仕事量が、0g重×mm以上10,000g重×mm以下であることを特徴とする粒子状吸水剤。

【請求項11】

不飽和単量体を重合することによって得られる重合体の内部に架橋構造を有する吸水性樹脂を含む粒子状吸水剤であって、

上記吸水性樹脂は、球状の一次粒子以外で、かつ、楕円球状の一次粒子以外の形状を有する粒子状の吸水性樹脂であり、

2.06kPaの加圧下にて、0.9質量%塩化ナトリウム水溶液に浸漬した場合の吸収倍率が20g/g以上であるとともに、

当該粒子状吸水剤に所定の深さまで挿入部材を挿入した場合の仕事量である挿入仕事量が、0g重×mm以上50,000g重×mm以下であり、かつ、

当該粒子状吸水剤に所定の深さまで挿入部材を挿入した後、該挿入部材を引き抜いて、再度挿入部材を挿入した場合の仕事量である再挿入仕事量の、上記挿入仕事量に対する比率で表される復元指数が55%以上であることを特徴とする粒子状吸水剤。

【請求項12】

さらに、分子内の炭素数が7個以上である有機酸の多価金属塩が、上記吸水性樹脂に対して0.001質量%以上10質量%未満含まれていることを特徴とする請求項10又は11に記載の粒子状吸水剤。

【請求項13】

当該粒子状吸水剤には、106μm以上850μm未満の粒子径を有する粒子が、該粒子状吸水剤に対して90質量%以上含まれていることを特徴とする請求項10、11又は12記載の粒子状吸水剤。

【請求項14】

上記不飽和単量体は、アクリル酸および/またはその塩を含んでなり、

上記吸水性樹脂は、表面に架橋構造を有することを特徴とする請求項10～13のいずれか1項に記載の粒子状吸水剤。

【請求項15】

不飽和単量体を重合することによって得られる重合体の内部に架橋構造を有する吸水性樹脂を含む粒子状吸水剤の製造方法であって、

上記吸水性樹脂に対して、表面架橋を行う時、及び/又は、表面架橋を行った後に、分子内の炭素数が7個以上である有機酸の多価金属塩を加えることを特徴とする粒子状吸水剤の製造方法。

【請求項16】

体液を吸収するための衛生材料であって、請求項1から15のいずれか1項に記載の粒子状吸水剤を含むことを特徴とする衛生材料。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は吸水性樹脂を主成分とする粒子状吸水剤及びそれを用いた吸収物品、並びに粒子状吸水剤の製造方法に関し、さらに詳しくは、尿や血液等の体液の吸収に好適に用いられ、優れた吸収性能を発揮する粒子状吸水剤及びそれを用いた吸収物品、並びに粒子状吸水剤の製造方法に関するものである。

## 【背景技術】

## 【0002】

近年、吸水性樹脂は、体液（尿や血液）を吸収するための紙おむつや生理用ナプキン、失禁パット等の衛生材料（吸収物品）における主要な構成材料として広く利用されている。

## 【0003】

上記吸水性樹脂としては、例えば、ポリアクリル酸部分中和物架橋体、澱粉－アクリロニトリルグラフト重合体の加水分解物、澱粉－アクリル酸グラフト重合体の中和物、酢酸ビニル－アクリル酸エステル共重合体のケン化物、カルボキシメチルセルロース架橋体、アクリロニトリル共重合体若しくはアクリルアミド共重合体の加水分解物又はこれらの架橋体、カチオン性モノマーの架橋体、架橋イソブチレン－マレイン酸共重合体、2－アクリルアミド－2－メチルプロパンスルホン酸とアクリル酸との架橋体等が知られている。このように、上記吸水性樹脂は、一般的には、重合体内部に均一な架橋構造を持ち、水不溶化された親水性樹脂である。

## 【0004】

ところで、従来から、吸水性樹脂に望まれる吸水特性として、体液等の水性液体に接した際の高い吸水倍率、荷重下における水性液体の高い吸水倍率、優れた吸収速度、優れた通液性、膨潤ゲルの高いゲル強度、水性液体を含んだ基材から水を吸い上げる高い吸水力等が求められている。

## 【0005】

そのため、上記の吸水特性を得るために、通常、吸水性樹脂に対し、粒子の表面を更に架橋剤等で架橋処理することによって、粒子に架橋密度勾配を持たせている。これにより、吸水性樹脂の吸水速度の向上、ママコの生成防止、ゲル強度の向上、加圧下での吸収倍率の改善、ゲルブロッキングの防止、通液性の向上を図っている。

## 【0006】

例えば、特許文献1（欧州特許0349240号公報）、特許文献2（欧州特許0605150号公報）や、特許文献3（日本国特開平7-242709号公報）、特許文献4（日本国特開平7-224304号公報）、特許文献5（米国特許5409771号公報）、特許文献6（米国特許5597873号公報）、特許文献7（米国特許5385983号公報）等には、吸水性樹脂の粒子の表面近傍に架橋密度勾配を持たせるための表面架橋処理に関する記載がある。また、これらの特許文献に記載の手法以外にも、上記吸水性能を向上させるために、例えば、特許文献8（日本国特開昭61-58658号公報）には、通液性の向上を目的とした、吸水性樹脂と金属石鹸とからなる吸水剤が開示されている。

## 【0007】

また、これらの吸水性能のみならず、吸水性樹脂の製造時や搬送時、吸水性樹脂と繊維基材等とを加工して吸収体を作成する場合、吸湿時の流動性が良好で装置等への付着の少ないこと、また、機械的な衝撃力を受けたときの吸水特性の低下が少ないことも望まれている。吸湿時の流動性を良好にする試みとして、吸水性樹脂に、非晶質二酸化ケイ素やカオリン等の無機物質等の添加物を添加した吸水剤が提案されている。具体的には、例えば、特許文献9（米国特許4734478号公報）、特許文献10（日本国特開昭59-80458号公報）、特許文献11（米国特許5453323号公報）には、無機物質粉末と吸水性樹脂粉末とからなる吸水剤に関する技術が記載されている。

## 【0008】

さらに、例えば、特許文献12（日本国特開昭63-105064号公報）には、添加物としてステアリン酸と無機質粉末とが添加された吸水剤が記載されており、特許文献13（米国特許5728742号公報）には、4級アンモニウム塩が添加物として添加された吸水剤が記載されている。また、特許文献14（日本国特開平7-228788号公報）には、シュウ酸（塩）と、例えば酸化ケイ素等の金属酸化物や硫酸カルシウム等の金属硫酸化物の多価金属化合物とが添加された吸水剤が記載されている。

## 【0009】

さらに、特許文献15（欧州特許691995号公開公報）や、特許文献16（欧州特許0001706号公開公報）には、ポリエチレングリコールやポリプロピレングリコール等を添加した吸水性樹脂組成物が開示されている。

【特許文献1】欧州特許0349240号公報

【特許文献2】欧州特許0605150号公報

【特許文献3】特開平7-242709号公報

【特許文献4】特開平7-224304号公報

【特許文献5】米国特許5409771号公報

【特許文献6】米国特許5597873号公報

【特許文献7】米国特許5385983号公報

【特許文献8】特開昭61-58658号公報

【特許文献9】米国特許4734478号公報

【特許文献10】特開昭59-80458号公報

【特許文献11】米国特許5453323号公報

【特許文献12】特開昭63-105064号公報

【特許文献13】米国特許5728742号公報

【特許文献14】特開平7-228788号公報

【特許文献15】欧州特許691995号公開公報

【特許文献16】欧州特許0001706号公開公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

## 【0010】

しかしながら、上記の特許文献に記載の吸水剤には、種々の問題がある。すなわち、例えば、上記特許文献1～8に記載の吸水性樹脂は、吸湿時の流動性が低いという問題がある。また、上記特許文献9～11に記載の吸水剤は、吸湿時の流動性を向上するために無機粉末を用いているので、該無機物質の硬度によって、機械的な衝撃力を受けた場合の吸収性能が不十分となっている。それゆえ、上記特許文献9～11に記載の吸水剤を用いた吸収物品は、十分な吸水性能を発揮することができない。

## 【0011】

また、上記特許文献12・13に記載の吸水剤は、吸収物品として使用された場合に、吸水剤に吸収される尿等の水性溶液中に、吸水剤に含まれる添加物が溶出する可能性があり、安全性の点に問題がある。それゆえ、例えば、紙おむつ等上記特許文献12・13に記載の吸水剤を用いた場合には、尿等の水性溶液が吸水剤全体に拡散し難くなる。その結果、紙おむつ内の吸水剤に吸収された水性溶液の戻り量が増加する等の吸水特性の低下が生じる。

## 【0012】

さらに、上記特許文献14に記載の吸水剤は、シュウ酸（塩）が添加剤として含まれているため、シュウ酸の安全性の問題がある。また、該シュウ酸（塩）及び、添加剤として含まれる多価金属化合物等の無機物質の硬度のために、機械的な衝撃力を受けた場合に、該衝撃力を緩和（吸収）することが困難であるだけでなく、吸水性樹脂にダメージを与えられて吸収性能が著しく低下する。

## 【0013】

さらに、上記のように、無機物質を用いた場合には、吸湿時の流動性を向上する一方、含水率10質量%未満という乾燥状態における吸水剤の粉体流動性が低くなってしまうという問題がある。

【0014】

これに対し、上記特許文献15・16に記載の吸水剤を用いれば、吸水剤の摩擦抵抗を若干低減することができる。しかしながら、上記特許文献15・16に記載の吸水剤においても、吸湿時の粉体流動性（アンチケーキング）や、含水率20質量%未満、特に含水率10質量%未満という乾燥状態での粉体流動性は、十分とはいえない。吸湿時においては、粒子間に粘着力が発生することにより、ブロッキングやケーキングが生じて粉体流動性が低下する。また、乾燥状態においても、粉体自身の摩擦係数が高いため、乾燥状態の吸水剤では、摩擦抵抗が増大し、吸水剤の製造時等における吸水剤の輸送や搬送を円滑に行うことが困難となっている。

【0015】

本発明の目的は、(1)吸湿時及び含水率が0～20質量%の乾燥状態においても、粉体流動性に優れ、粒子状吸水剤の搬送時等の取り扱い性が良好であり、(2)粒子状吸水剤の製造時や搬送時、吸収物品等を作成する際に受ける機械的衝撃力による吸水性能や吸湿時の流動性の低下が少なく、(3)安定かつ優れた吸水特性を有する粒子状吸水剤を得ることにある。

【課題を解決するための手段】

【0016】

本発明者等は、上記課題に鑑み鋭意検討を行った結果、(1)表面に架橋構造を有する特定の粒度分布を有する吸水性樹脂粒子と、(2)分子内の炭素数が7個以上である有機酸の多価金属塩とを、特定量含有する粒子状吸水剤を用いることにより、該粒子状吸水剤をオムツ等の吸収物品に組み入れて吸湿させた場合の流動性に優れ、機械的衝撃力を受けた場合にも吸水性能を維持し、かつ優れた吸水特性が得られることを見出すとともに、特定のパラメータを有する粒子状吸水剤を用いることにより、優れた吸収性能に加え、該粒子状吸水剤を吸収物品として製造する際のプロセスダメージによる吸収性能が劣化し難くなること等を見出し、本発明を完成させるに至った。

【0017】

すなわち、本発明の粒子状吸水剤は、上記課題を解決するために、不飽和単量体を重合することによって得られる重合体の内部に架橋構造を有する吸水性樹脂を主成分として含む粒子状吸水剤であって、上記吸水性樹脂は、表面に架橋構造を有する粒子状の吸水性樹脂であり、当該粒子状吸水剤には、106 $\mu$ m以上850 $\mu$ m未満の粒子径を有する粒子が、該粒子状吸水剤に対して90質量%以上100重量%以下含まれているとともに、さらに、分子内の炭素数が7個以上である有機酸の多価金属塩が、上記吸水性樹脂に対して0.001質量%以上10質量%未満含まれているものである。

【0018】

また、本発明の粒子状吸水剤は、上記課題を解決するために、不飽和単量体を重合することによって得られる重合体の内部に架橋構造を有する吸水性樹脂を主成分として含む粒子状吸水剤であって、上記吸水性樹脂は、表面に架橋構造を有する粒子状の吸水性樹脂であり、さらに、分子内の炭素数が7個以上である有機酸の多価金属塩が、上記吸水性樹脂に対して0.001質量%以上10質量%未満含まれており、吸湿流動性指数が90質量%以上100質量%以下であるものであってもよい。

【0019】

また、本発明の粒子状吸水剤は、上記課題を解決するために、不飽和単量体を重合することによって得られる重合体の内部に架橋構造を有する吸水性樹脂を主成分として含む粒子状吸水剤であって、上記吸水性樹脂は、表面に架橋構造を有する粒子状の吸水性樹脂であり、吸湿流動性指数Xが90質量%以上100質量%以下であり、上記吸湿流動性指数X、及び、当該粒子状吸水剤に所定の衝撃力を与えた後の吸湿流動性指数Yによって、下記(式1)



吸湿流動性保持指数 $=Y/X$ ・・・(式1)

で規定される吸湿流動性保持指数が、0.95以上であるものであってもよい。

【0020】

また、本発明の粒子状吸水剤は、上記の粒子状吸水剤において、さらに、分子内の炭素数が7個以上である有機酸の多価金属塩が、上記吸水性樹脂に対して0.001質量%以上10質量%未満含まれていることが好ましい。

【0021】

また、本発明の粒子状吸水剤は、上記の粒子状吸水剤において、上記有機酸の多価金属塩を構成する有機酸は、脂肪酸であることが好ましい。

【0022】

また、本発明の粒子状吸水剤は、上記の粒子状吸水剤において、上記有機酸の多価金属塩を構成する多価金属は、アルカリ土類金属及び/又は2価以上の遷移金属であることが好ましい。

【0023】

また、本発明の粒子状吸水剤は、上記の粒子状吸水剤において、上記有機酸の多価金属塩は、融点が40℃～250℃であるとともに、25℃での脱イオン水1Lに対する溶解度が、0g/L以上5g/L以下であることが好ましい。

【0024】

また、本発明の粒子状吸水剤は、上記の粒子状吸水剤において、上記有機酸の多価金属塩は、上記吸水性樹脂の表面に付着していることが好ましい。

【0025】

また、本発明の粒子状吸水剤は、上記の粒子状吸水剤において、2.06kPaの加圧下にて、0.9質量%塩化ナトリウム水溶液に浸漬した場合の吸収倍率が20g/g以上であるとともに、下記(式2)

第一の加圧下吸収倍率保持指数 $=Q1/P1$ ・・・(式2)

(式中、P1は、所定の衝撃力を与える前の2.06kPaの加圧下での吸収倍率であり、Q1は、所定の衝撃力を与えた後の2.06kPaの加圧下での吸収倍率を表す)で規定される第一の加圧下吸収倍率保持指数、及び/又は、下記(式3)

第二の加圧下吸収倍率保持指数 $=Q2/P2$ ・・・(式3)

(式中、Q1は、所定の衝撃力を与えた後の4.83kPaの加圧下での吸収倍率を表す)で規定される第二の加圧下吸収倍率保持指数が、0.90以上であることが好ましい。

【0026】

また、本発明の粒子状吸水剤は、上記課題を解決するために、不飽和単量体を重合することによって得られる重合体の内部に架橋構造を有する吸水性樹脂を主成分として含む粒子状吸水剤であって、上記吸水性樹脂は、球状の一次粒子以外で、かつ、楕円球状(楕円体状)の一次粒子以外の形状を有する粒子状の吸水性樹脂であり、2.06kPaの加圧下にて、0.9質量%塩化ナトリウム水溶液に浸漬した場合の吸収倍率が20g/g以上であるとともに、当該粒子状吸水剤に所定の深さまで挿入部材を挿入した場合に要する最大の荷重である最大挿入荷重が、0g重以上1,000g重以下であり、かつ、当該粒子状吸水剤に所定の深さまで挿入部材を挿入した場合の仕事量である挿入仕事量が、0g重×mm以上10,000g重×mm以下であるものであってもよい。

【0027】

また、本発明の粒子状吸水剤は、上記課題を解決するために、不飽和単量体を重合することによって得られる重合体の内部に架橋構造を有する吸水性樹脂を主成分として含む粒子状吸水剤であって、上記吸水性樹脂は、球状の一次粒子以外で、かつ、楕円球状(楕円体状)の一次粒子以外の形状を有する粒子状の吸水性樹脂であり、2.06kPaの加圧下にて、0.9質量%塩化ナトリウム水溶液に浸漬した場合の吸収倍率が20g/g以上であるとともに、当該粒子状吸水剤に所定の深さまで挿入部材を挿入した場合の仕事量である挿入仕事量が、0g重×mm以上50,000g重×mm以下であり、かつ、当該粒子状吸水剤に所定の深さまで挿入部材を挿入した後、該挿入部材を引き抜いて、再度挿入

部材を挿入した場合の仕事量である再挿入仕事量の、上記挿入仕事量に対する比率で表される還元指数が55%以上であるものであってもよい。

【0028】

また、本発明の粒子状吸水剤は、上記の粒子状吸水剤において、さらに、分子内の炭素数が7個以上である有機酸の多価金属塩が、上記吸水性樹脂に対して0.001質量%以上10質量%未満含まれていてもよい。

【0029】

また、本発明の粒子状吸水剤は、上記の粒子状吸水剤において、当該粒子状吸水剤には、106 $\mu$ m以上850 $\mu$ m未満の粒子径を有する粒子が、該粒子状吸水剤に対して90質量%以上含まれていてもよい。

【0030】

本発明の粒子状吸水剤は、上記の粒子状吸水剤において、上記不飽和単量体は、アクリル酸および／またはその塩を含んでなり、上記吸水性樹脂は、表面に架橋構造を有するものであってもよい。

【0031】

また、本発明の粒子状吸水剤の製造方法は、上記課題を解決するために、不飽和単量体を重合することによって得られる重合体の内部に架橋構造を有する吸水性樹脂を含む粒子状吸水剤の製造方法であって、上記吸水性樹脂に対して、表面架橋を行う時、及び／又は、表面架橋を行った後に、分子内の炭素数が7個以上である有機酸の多価金属塩を加える方法である。

【0032】

また、本発明の衛生材料は、上記課題を解決するために、上記した粒子状吸水剤のいずれかを含むものである。

【0033】

上記の各構成によれば、吸湿時のブロッキングやケーキングを防止することができるとともに、粉体流動性が良好であり、かつ、取り扱いに優れた粒子状吸水剤を提供することができる。また、粒子状吸水剤や該粒子状吸水剤を用いた吸収物品等の製造装置や製造工程、粒子状吸水剤の搬送や輸送に使用される配管等で生じるプロセスダメージを防止することができる。これにより、優れた吸収物品が提供できるとともに、所望する吸収量を得るために、吸収物品に用いられる粒子状吸水剤の使用量の設計を容易にすることができる。

【発明の効果】

【0034】

本発明に係る粒子状吸水剤は、以上のように、表面に架橋構造を有する特定の粒度分布を有する吸水性樹脂粒子と、分子内の炭素数が7個以上である有機酸の多価金属塩とを、特定量含有する粒子状吸水剤を用いている。また、本発明に係る粒子状吸水剤は、特定のパラメータを有している。

【0035】

それゆえ、本発明の粒子状吸水剤をオムツ等の吸収物品に組み入れて吸湿させた場合に、吸湿時のブロッキングやケーキングを防止して優れた流動性を実現し、機械的衝撃力を受けた場合にも吸水性能を有し、かつ優れた吸水特性を得ることができるという効果を奏する。従って、粒子状吸水剤を吸収物品として製造する際のプロセスダメージによる吸水性能が劣化し難く、取り扱いに優れた粒子状吸水剤を提供することができるという効果を奏する。

【発明を実施するための最良の形態】

【0036】

以下、本発明にかかる粒子状吸水剤及び該粒子状吸水剤を用いた吸収物品について詳しく説明するが、本発明の範囲はこれらの説明に拘束されることはなく、以下の例示以外についても、本発明の趣旨を逸脱しない範囲で適宜実施し得る。

【0037】

本発明の粒子状吸水剤は、水や各種水溶液、尿や血液等の水性溶液の吸水用に用いられ、該粒子状吸水剤に含まれる全成分のうち、主成分として、吸水性樹脂の樹脂純分を、粒子状吸水剤の固形分に対して、通常80質量%以上、より好ましくは90質量%以上含むものをいう。上記粒子状吸水剤は、吸水性樹脂と有機酸の多価金属塩（以下、有機酸多価金属塩）とを含み、さらに、該吸水性樹脂及び有機酸多価金属塩以外の化合物（以下、その他の成分）を含んでいてもよい。

【0038】

上記粒子状吸水剤は、粒子状の吸水性樹脂に有機酸多価金属塩を添加し、かつ、特定のパラメータを有する粒子状吸水剤とすることにより、乾燥時及び吸湿時のいずれにおいても、粉体としての流動性に優れ、機械的な衝撃力を受けた場合にも優れた吸収性能を示す。

【0039】

以下、本発明の粒子状吸水剤に含まれる吸水性樹脂、有機酸多価金属塩、及粒子状吸水剤、優れた吸収性能や粉体としての流動性等を発揮し得るパラメータ、上記粒子状吸水剤を用いた吸収物品について詳述する。なお、本明細書において、「質量」と「重量」とは同義であるものとする。

【0040】

〔吸水性樹脂〕

本発明の吸水性樹脂とは、ヒドロゲルを形成し得る水膨潤性及び水不溶性を有する架橋性重合体である。ここで、水膨潤性とは、イオン交換水に吸水性樹脂を浸漬することにより、吸水性樹脂自体の重量の5倍以上、好ましくは50倍～1000倍の重量の水性溶液を吸収するものを指す。また、水不溶性とは、吸水性樹脂中の実質的に未架橋の水可溶性成分（水溶性高分子）が、通常0～50質量%であり、好ましくは0～30質量%であり、より好ましくは0～25質量%であり、このうち特に好ましくは0～15質量%であり、最も好ましくは0～10質量%で含有されるものを指す。上記水可溶性成分の含有量の測定法は、後述の実施例で規定する。

【0041】

また、上記架橋性重合体とは、良好な吸収特性を得るために、不飽和単量体を重合することによって得られる重合体の内部に架橋構造（以下、内部架橋構造）を有する重合体をいう。さらに、上記吸水性樹脂は、該吸水性樹脂表面に架橋構造を形成する表面架橋処理が施されていてもよく、該表面架橋処理が施されていない場合でもよい。このうち、優れた吸収特性を得るためには、表面架橋処理が施されていることが好ましい。なお、以下では、表面架橋処理が施されていない吸水性樹脂を、吸水性樹脂前駆体と記載することがある。

【0042】

上記の架橋性重合体からなる吸水性樹脂としては、例えば、ポリアクリル酸部分中和物重合体、デンブナーアクリロニトリルグラフト重合体の加水分解物、デンブナーアクリル酸グラフト重合体、酢酸ビニルアクリル酸エステル共重合体のケン化物、アクリロニトリル共重合体若しくはアクリルアミド共重合体の加水分解物又はこれらの架橋体、カルボキシル基含有架橋ポリビニルアルコール変性物、架橋イソブチレン-無水マレイン酸共重合体等のうちの1種又は2種以上を挙げることができる。このうち、上記ポリアクリル酸部分中和物重合体を用いることが好ましい。

【0043】

上記の架橋性重合体からなる吸水性樹脂は、不飽和単量体を重合・架橋することによって得られ、必要に応じて表面架橋処理が施される。以下、吸水性樹脂の製造に用いられる不飽和単量体、架橋性単量体、重合開始剤、不飽和単量体の製造方法（重合方法、乾燥処理、表面架橋処理）について説明する。

【0044】

＜不飽和単量体＞

本発明の粒子状吸水剤に含まれる吸水性樹脂を得るために用いられる不飽和単量体としては、所望する架橋性重合体を得ることができる単量体を用いればよい。

## 【0045】

例えば、上記架橋性重合体がポリアクリル酸部分中和物重合体である場合には、不飽和単量体として、アクリル酸及び／又はその塩（中和物）を主成分として使用すればよく、該アクリル酸及び／又はその塩とともに、アクリル酸及び／又はその塩以外の他の不飽和単量体を共重合成分として用いてもよい。これにより、最終的に得られる吸水性樹脂に対し、吸水特性以外に、抗菌や消臭等の別の特性を付与することができるとともに、吸水性樹脂をより一層安価に得ることができる。

## 【0046】

上記他の不飽和単量体としては、例えば、メタクリル酸、（無水）マレイン酸、フマル酸、クロトン酸、イタコン酸、ビニルスルホン酸、2-（メタ）アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、（メタ）アクリロキシアリカンスルホン酸及びそのアルカリ金属塩、アンモニウム塩、N-ビニル-2-ピロリドン、N-ビニルアセトアミド、（メタ）アクリルアミド、N-イソプロピル（メタ）アクリルアミド、N, N-ジメチル（メタ）アクリルアミド、2-ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、メトキシポリエチレングリコール（メタ）アクリレート、ポリエチレングリコール（メタ）アクリレート、イソブチレン、ラウリル（メタ）アクリレート等の水溶性又は疎水性の不飽和単量体等を挙げることができる。

## 【0047】

なお、上記不飽和単量体及び他の不飽和単量体として、酸基を含有する不飽和単量体を用いる場合には、該不飽和単量体の塩として、アルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩を用いればよい。このうち、得られる吸水性樹脂の性能、不飽和単量体の塩の工業的な入手の容易さ、安全性等の点から、ナトリウム塩やカリウム塩を用いることが好ましい。

## 【0048】

上記他の不飽和単量体を併用する場合には、吸水性樹脂を得るために用いる全ての不飽和単量体の総モル数に対して、好ましくは0～30モル％、より好ましくは0～10モル％、最も好ましくは0～5モル％の割合で用いるとよい。言い換えれば、吸水性樹脂を得るために用いる全ての不飽和単量体の総モル数に対して、主成分としてのアクリル酸及びその塩の総モル数は、70～100モル％であり、好ましくは90～100モル％であり、より好ましくは95～100モル％であればよい。

## 【0049】

また、上記架橋性重合体がポリアクリル酸部分中和物重合体である場合、該ポリアクリル酸部分中和物重合体の構成単位は、アクリル酸0～50モル％及びアクリル酸塩100～50モル％（ただし、両者の合計は100モル％以下）の範囲であることが好ましく、アクリル酸10～40モル％及びアクリル酸塩90～60モル％の範囲であることがより好ましい。言い換えれば、アクリル酸及びアクリル酸塩の合計量に対するアクリル酸塩のモル比である中和率は、50～100モル％であることが好ましく、60～90モル％であることがより好ましい。

## 【0050】

上記アクリル酸の塩を形成するためには、単量体の重合前に単量体の状態でアクリル酸を中和する、重合途中や重合後に重合体の状態で中和を行う、あるいは、これらを併用することによって行えばよい。また、アクリル酸及びアクリル酸塩を混合することによって、アクリル酸の塩を形成してもよい。

## 【0051】

## &lt;架橋性単量体（内部架橋剤）&gt;

本発明の吸水性樹脂は、内部架橋構造を有する架橋性重合体であり、吸水性樹脂が水不溶性及び水膨潤性を有していれば、内部架橋構造を有していると考えられることができる。そのため、吸水性樹脂の内部架橋構造は、内部架橋剤である架橋単量体を用いずに、不飽和単量体の自己架橋によって得られるものであってもよいが、好ましくは、上記した不飽和単量体と架橋単量体とを共重合又は反応させて得られるものがよい。ここで、内部架橋剤

である架橋単量体とは、一分子中に2個以上の重合性不飽和基や、2個以上の反応性基を有するものである。

【0052】

上記内部架橋剤としては、例えば、N, N'-メチレンビス(メタ)アクリルアミド、(ポリ)エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、(ポリ)プロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、トリメチルロールプロパントリ(メタ)アクリレート、グリセリントリ(メタ)アクリレート、グリセリンアクリレートメタアクリレート、エチレンオキサイド変性トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールヘキサ(メタ)アクリレート、トリアリルシアヌレート、トリアリルイソシアヌレート、トリアリルホスフェート、トリアリルアミン、ポリ(メタ)アリロキシアルカン、(ポリ)エチレングリコールジグリシジルエーテル、グリセロールジグリシジルエーテル、エチレングリコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、ペンタエリスリトール、エチレンジアミン、エチレンカーボネート、プロピレンカーボネート、ポリエチレンイミン、グリシジル(メタ)アクリレート等を挙げることができる。

【0053】

上記内部架橋剤は単独で用いてもよく、適宜2種類以上を混合して用いてもよい。また、上記内部架橋剤は、反応系に一括して添加してもよく、分割して添加してもよい。1種又は2種類以上の内部架橋剤を使用する場合には、最終的に得られる吸水剤の吸収特性等を考慮して、2個以上の重合性不飽和基を有する架橋製単量体を重合時に必ず用いることが好ましい。

【0054】

上記内部架橋剤の使用量は、吸水性樹脂の良好な物性を得る観点から、前記した、吸水性樹脂を得るために用いる全ての不飽和単量体の総モル数に対して、好ましくは0.001~2モル%であり、より好ましくは0.005~0.5モル%であり、さらに好ましくは0.01~0.2モル%であり、特に好ましくは0.03~0.15モル%の範囲内である。上記内部架橋剤の使用量が、0.001モル%よりも少ない場合や、2モル%を超える場合には、吸水性樹脂の十分な吸収特性が得られない可能性があるため、好ましくない。

【0055】

上記内部架橋剤を用いて、内部架橋構造を吸水性樹脂内部に導入する場合には、上記内部架橋剤を、上記不飽和単量体の重合前あるいは重合途中、あるいは重合後、又は中和後に反応系に添加するようにすればよい。

【0056】

#### <重合開始剤>

本発明の吸水性樹脂を得るために上記の不飽和単量体を重合する際には、重合開始剤を使用するとよい。該重合開始剤としては、例えば、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム、過硫酸ナトリウム、過酢酸カリウム、過酢酸ナトリウム、過炭酸カリウム、過炭酸ナトリウム、ト-ブチルヒドロパーオキシド、過酸化水素、2, 2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)二塩酸塩等のラジカル重合開始剤や、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニルプロパン-1-オン等の光重合開始剤を用いることができる。

【0057】

上記重合開始剤の使用量は、吸水性樹脂を得るために用いる全ての不飽和単量体の総モル数に対して、通常0.001~2モル%、好ましくは0.01~0.1モル%であることが好ましい。上記重合開始剤が0.001モル%未満の場合には未反応の残存単量体が多くなり、2モル%を超える場合には重合の制御が困難となるので好ましくない。

【0058】

#### <吸水性樹脂の製造方法>

##### (重合方法)

本発明における吸水性樹脂を得るために行う、上述の各単量体(不飽和単量体、他の不飽和単量体、架橋性重合体等)の重合に際しては、バルク重合や沈殿重合を行うことが可

能であるが、吸水性樹脂の性能や重合の制御の容易さ、さらに膨潤ゲルの吸収特性の観点から、上記単量体を水溶液とすることによる水溶液重合や逆相懸濁重合を行うことが好ましい。

【0059】

上記の各単量体を水溶液とする場合の該水溶液（以下、単量体水溶液と称する）中の単量体の濃度は、水溶液の温度や単量体の種類によって決まり、特に限定されるものではないが、10～70質量%の範囲内が好ましく、20～60質量%の範囲内がさらに好ましい。

【0060】

上記の単量体の重合を開始させる際には、前述の重合開始剤を使用して開始させる。また、上記重合開始剤の他にも、紫外線や電子線、 $\gamma$ 線等の活性エネルギー線の照射によって行ってもよく、該活性エネルギー線の照射と重合開始剤の使用とを併用してもよい。なお、上記重合反応における反応温度は、用いる重合開始剤の種類に応じて適宜選択すればよく、15～130℃の範囲内が好ましく、20～120℃の範囲内がより好ましい。重合開始時の温度が上記の範囲外となると、得られる吸水性樹脂の残存単量体の増加や、過度の自己架橋反応が進行して、吸水性樹脂の吸水性能が低下するおそれがあるので好ましくない。

【0061】

上記逆相懸濁重合とは、上記単量体水溶液を、疎水性有機溶媒に懸濁させる重合法である。該逆相懸濁重合については、例えば、米国特許4093776号、同4367323号、同4446261号、同4683274号、同5244735号等の文献に記載されている。

【0062】

また、上記水溶液重合は、分散溶媒を用いずに単量体水溶液を重合する方法である。該水溶液重合については、例えば、米国特許4625001号、同4873299号、同4286082号、同4973632号、同4985518号、同5124416号、同5250640号、同5264495号、同5145906号、同5380808号等の文献や、欧州特許0811636号、同0955086号、同0922717号等の文献に記載されている。なお、上記水溶液重合を行う際には、水以外の溶媒を必要に応じて併用してもよく、併用して用いられる溶媒の種類は、特に限定されるものではない。

【0063】

従って、上記の各文献に記載の重合法にて、上記の例示の単量体や重合開始剤を用いれば、本発明の吸水性樹脂を得ることができる。

【0064】

（乾燥処理）

上記の重合方法によって単量体を重合して得られる重合体は、通常、含水ゲル状架橋性重合体であるため、必要に応じて該含水ゲル状架橋性重合体を乾燥させる。なお、特に水溶液重合を行う場合には、含水ゲル状架橋性重合体の乾燥前及び／又は乾燥後に、通常、粉砕処理を行う。

【0065】

上記乾燥処理にて、熱風乾燥を行う場合には、通常60℃～250℃、好ましくは100℃～220℃、より好ましくは120℃～200℃の温度範囲の熱風で乾燥すればよい。また、乾燥時間は、含水ゲル状架橋性重合体の表面積や含水率、乾燥機の種類に依存するため、目的とする含水率となるように、例えば1分～5時間の範囲内等で適宜選択すればよい。

【0066】

上記のように乾燥処理を行って得られる吸水性樹脂の含水率（吸水性樹脂中に含まれる水分量で規定／吸水性樹脂1gを180℃で3時間乾燥した場合の減量を測定し、該減量を、乾燥前の吸水性樹脂の質量に対する比率で表したもの）は特に限定されないが、該吸水性樹脂を主成分として含む本発明の粒子状吸水剤の良好な物性を得るためには、室温で

も流動性を示す粉末となるように含水率を制御することが好ましい。すなわち、上記吸水剤の含水率（吸水剤中に含まれる水分量で規定／吸水剤1gを180℃で3時間乾燥した場合の減量を測定し、該減量を、乾燥前の吸水剤の質量に対する比率で表したもの）は、通常0～30質量%、より好ましくは0～20質量%、さらに好ましくは0～15質量%、よりさらに好ましくは0.3～15質量%、特に好ましくは0.5～10質量%である。そのため、上記の範囲内の含水率を有する吸水剤が得られるように、含水ゲル状架橋性重合体を乾燥して、吸水性樹脂を得ればよい。

【0067】

なお、上記逆相懸濁重合による重合方法を用いた場合には、重合反応終了後に得られる含水ゲル状架橋性重合体を、特に粉碎することなく、次の手順で乾燥してもよい。すなわち、例えば、ヘキサン等の炭化水素系の有機溶媒中に、含水ゲル状架橋性重合体を分散させて共沸脱水し、含水ゲル状架橋性重合体の含水率を40質量%以下、好ましくは30質量%以下とする。その後、デカンテーションあるいは蒸発によって、有機溶媒と含水ゲル状架橋性重合体とを分離して、本発明の吸水性樹脂を得る。なお、有機溶媒から分離された吸水性樹脂に対し、必要に応じて、さらに乾燥処理を施してもよい。

【0068】

上記乾燥処理は、目的の含水率とすることができる手法であれば特に限定されず、種々の手法を採用することができる。具体的には、加熱乾燥、熱風乾燥、減圧乾燥、赤外線乾燥、マイクロ波乾燥、疎水性有機溶媒との共沸による脱水、高温の水蒸気を用いた高温乾燥等を用いればよい。

【0069】

（表面架橋処理）

以上のように、架橋重合及び乾燥処理が施され、必要に応じて粉碎されて本発明の吸水性樹脂が得られ、さらに、該吸水性樹脂の表面に架橋（二次架橋）処理を施すことによって表面近傍の架橋密度を高めて、吸水性樹脂の諸物性の改良を行うことが好ましい。以下、表面架橋前の吸水性樹脂を、吸水性樹脂前駆体と称し、表面架橋された吸水性樹脂と区別する。なお、本発明の吸水性樹脂とは、吸水性樹脂前駆体、及び／又は、表面架橋された吸水性樹脂を指す。

【0070】

上記表面架橋処理に用いられる表面架橋剤としては、種々のものを挙げることができるが、得られる吸水性樹脂の物性を良好なものとするためには、多価アルコール化合物、エポキシ化合物、多価アミン化合物、多価アミン化合物とハロエポキシ化合物との縮合物、オキサゾリン化合物、モノオキサゾリジノン化合物、ジオキサゾリジノン化合物、ポリオキサゾリジノン化合物、多価金属塩、アルキレンカーボネート化合物等を1種又は2種以上用いることが好ましい。

【0071】

より具体的には、米国特許6228930号、同6071976号、同6254990号等に例示されている表面架橋剤を用いるとよい。すなわち、モノエチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ポリエチレングリコール、モノプロピレングリコール、1,3-プロパンジオール、ジプロピレングリコール、2,3,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオール、ポリプロピレングリコール、グリセリン、ポリグリセリン、2-ブテン-1,4-ジオール、1,4-ブタンジオール、1,3-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサンジオール、1,2-シクロヘキサジメタノール等の多価アルコール化合物；エチレングリコールジグリシジルエーテルやグリシドール等のエポキシ化合物；エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレントラミン、テトラエチレンペンタミン、ペンタエチレンヘキサミン、ポリエチレンイミン、ポリアミドポリアミン等の多価アミン化合物；エピクロロヒドリン、エピブロムヒドリン、 $\alpha$ -メチルエピクロロヒドリン等のハロエポキシ化合物；上記多価アミン化合物と上記ハロエポキシ化合物との縮合物；2-オキサゾリジノン等のオキサゾリジノン化合物；エチレンカーボネート等のアルキレンカーボネート化

合物等を挙げることができる。

【0072】

これらの表面架橋剤のうち、吸水性樹脂の各種特性をできるだけ良好なものとするために、少なくとも多価アルコールを用いることが好ましく、該多価アルコールとして、炭素数2～10、好ましくは炭素数3～8の多価アルコールを用いることが好ましい。

【0073】

上記表面架橋剤の使用量は、用いる表面架橋剤の種類や、吸水性樹脂前駆体と表面架橋剤との組み合わせ等にもよるが、吸水性樹脂前駆体100質量部に対して、表面架橋剤が0.001質量部～10質量部の範囲内であることが好ましく、0.01質量部～5質量部の範囲内であることがより好ましい。

【0074】

上記表面架橋処理に際しては、上記表面架橋剤とともに、水を用いることが好ましい。このときに使用される水の量は、使用する吸水性樹脂前駆体の含水率にもよるが、通常、吸水性樹脂前駆体100質量部に対して0.5～20質量部、好ましくは0.5～10質量部の範囲内の水を用いることが好ましい。

【0075】

あるいは、上記水に代えて、親水性有機溶媒を用いてもよく、水と親水性有機溶媒との混合溶媒を用いてもよい。このとき使用される親水性有機溶媒又は混合溶媒は、吸水性樹脂前駆体100質量部に対して、0～10質量部、好ましくは0～5質量部、より好ましくは0～3質量部の範囲であるとよい。

【0076】

上記表面架橋剤の添加は、種々の手法で行うことができるが、表面架橋剤を、必要に応じて水及び／又は親水性有機溶媒と予め混合して、吸水性樹脂前駆体に滴下混合する方法が好ましく、噴霧する方法がより好ましい。噴霧される液滴の大きさは、平均液滴径が0.1～300 $\mu\text{m}$ であることが好ましく、1～200 $\mu\text{m}$ であることがより好ましい。

【0077】

上記吸水性樹脂前駆体、表面架橋剤、水や親水性有機溶媒を混合する際に用いられる混合装置としては、これらの化合物を均一にかつ確実に混合するために、大きな混合力を備えていることが好ましい。このような混合装置としては、例えば、円筒型混合機、二重壁円錐型混合機、高速攪拌型混合機、V字型混合機、リボン型混合機、スクリー型混合機、双腕型ニーダー、粉碎型ニーダー、回転式混合機、気流型混合機、タービュライザー、バッチ式レディゲミキサー、連続式レディゲミキサー等が好適に用いられる。

【0078】

上記表面架橋剤と吸水性樹脂前駆体とを混合した後、好ましくは加熱処理が施される。上記加熱処理を行う際の条件としては、吸水性樹脂前駆体の温度若しくは加熱処理に用いる熱媒の温度が、好ましくは100～250℃であり、より好ましくは150～250℃であるとよい。また、上記加熱処理の加熱時間は、好ましくは1分～2時間の範囲である。上記加熱温度と加熱時間との組み合わせの好適例としては、180℃で0.1～1.5時間、200℃で0.1～1時間を挙げることができる。

【0079】

なお、吸水性樹脂前駆体が逆相懸濁重合で得られる場合には、重合終了後の共沸脱水途中及び／又は共沸脱水終了後等の、例えば含水ゲル状架橋重合体の含水率が50質量%以下、好ましくは40質量%以下、より好ましくは30質量%以下であるときに、逆相懸濁重合で用いられる疎水性有機溶媒中に上記表面架橋剤を分散させることにより、表面架橋された吸水性樹脂を得ることができる。

【0080】

上記のように、必要に応じて表面架橋処理を施されてなる、本発明の吸水性樹脂は、吸湿時の流動性を確保し、機械的衝撃力による吸水性能や吸湿時の流動性の低下を抑制するために、特定の粒子径に調整される。具体的には、本発明の吸水性樹脂は、粒子状吸水剤に含まれる全吸水性樹脂100質量%に対して、850 $\mu\text{m}$ 未満で106 $\mu\text{m}$ 以上の粒子



径を有する吸水性樹脂が90～100質量%であり、300 $\mu$ m以上の粒子径を有する吸水性樹脂が60質量%以上である。このうち、好ましくは、850 $\mu$ m未満で106 $\mu$ m以上の粒子径を有する吸水性樹脂が、粒子状吸水剤に含まれる全吸水性樹脂100質量%に対して、95～100質量%以上であり、特に98～100質量%であることが好ましい。また、300 $\mu$ m以上の粒子径を有する吸水性樹脂が、粒子状吸水剤に含まれる全吸水性樹脂100質量%に対して、65～100質量%であることが好ましく、70～100質量%であることがより好ましく、特に75～100質量%であることが好ましい。

【0081】

また、吸水性樹脂の質量(重量)平均粒子径は、好ましくは200～700 $\mu$ mであり、さらに好ましくは300～600 $\mu$ mであり、特に好ましくは400～500 $\mu$ mである。さらに、吸水性樹脂の粒度分布について、均一性の指標となる対数標準偏差( $\sigma$ と値)は、0～0.40であることが好ましく、より好ましくは0～0.35であり、最も好ましくは0～0.30である。

【0082】

粒子径が850 $\mu$ m以上の吸水性樹脂が、粒子状吸水剤に含まれる全吸水性樹脂100質量%に対して10質量%を超えると、オムツ等の衛生材料を作成した場合に異物感が発生し、手触りが悪くなる等、使用者に対して不快感を与えることになる。また、粒子径が106 $\mu$ m未満の吸水性樹脂が、粒子状吸水剤に含まれる全吸水性樹脂100質量%に対して10質量%を超える場合や、上記対数標準偏差 $\sigma$ とが0.40を超える場合には、加圧下における吸収倍率の大幅な低下や吸湿時の流動性低下、吸水性樹脂やオムツ等の衛生材料の製造作業中に粉塵が発生することによる作業環境の劣悪化、幅広い粒度分布を有することによる偏析の増大等の多くの問題が発生することになり好ましくない。

【0083】

〔有機酸多価金属塩〕

本発明の有機酸多価金属塩は、分子内の炭素数が7個以上であり、かつ、脂肪酸、石油酸、高分子酸等のアルカリ金属塩以外の金属塩からなる。

【0084】

上記有機酸多価金属塩を構成する有機酸としては、多価金属と塩を形成する有機物であればよく、好ましくは、有機カルボン酸、有機スルホン酸、有機スルフィン酸であり、このうち分子内にカルボキシル基を有する有機カルボン酸であることが特に好ましい。また、上記有機酸多価金属塩は、炭素数が7以上であり、より好ましくは炭素数が7～20の範囲内であり、さらに好ましくは炭素数が12～20であるとよい。

【0085】

上記有機酸に、炭素数が分子内に7個未満の有機酸を使用した場合、有機酸多価金属塩の水への溶解度が高くなり、紙おむつや吸収体等の使用時に、有機酸多価金属塩が尿や血液等の吸収液に溶出するおそれがあるので好ましくない。また、分子内に7個未満の、例えばシュウ酸やクエン酸のような酸を用いた場合、これら有機酸の多価金属塩の硬度が高いため、機械的衝撃力を受けた場合に吸水特性の低下を招くおそれがあるという問題もある。さらに、シュウ酸を使用した場合には、安全性の面からも好ましくない。

【0086】

上記有機カルボン酸は、飽和又は不飽和の有機カルボン酸や芳香族カルボン酸であり、カルボン酸以外の置換基、例えば、水酸基、ハロゲン等を有してもよい。また、上記有機カルボン酸は、一分子中に複数のカルボキシ基を有する多価カルボン酸であってもよいが、好ましくは、モノカルボン酸がよい。

【0087】

具体的には、上記有機カルボン酸としては、例えば、カプロン酸、オクチル酸、オクチン酸、デカン酸、ラウリル酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、オレイン酸、ステアリン酸等の長鎖又は分枝の脂肪酸；安息香酸、ミリスチン酸、ナフテン酸、ナフトエ酸、ナフトキシ酢酸等の石油酸；ポリ(メタ)アクリル酸やポリスルホン酸等の高分子酸を挙げることができる。このうち、カプロン酸、オクチル酸、オクチン酸、デカン酸、ラウリル酸、

ミリスチン酸、パルミチン酸、オレイン酸、ステアリン酸、牛脂肪酸やヒマシ硬化脂肪酸等の脂肪酸が好ましく、カプロン酸、オクチル酸、デカン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸等の分子内に不飽和結合を有しない脂肪酸（長鎖飽和脂肪酸）がより好ましく、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸等の炭素数が12～20の分子内に不飽和結合を有しない長鎖脂肪酸（長鎖飽和脂肪酸）が最も好ましい。この理由は、分子内に不飽和結合を有する脂肪酸を用いた場合、粒子状吸水剤は貯蔵時に熱や酸化を受けると、着色や臭気等を発生させるおそれがあるためである。

【0088】

一方、上記有機酸多価金属塩を構成する金属塩は、アルカリ土類金属塩や遷移金属塩等のアルカリ金属塩以外の金属塩であれば特に限定されるものではないが、入手の容易さから、バリウム塩、カルシウム塩、マグネシウム塩、アルミニウム塩、亜鉛塩が好ましく、このうち、カルシウム塩、マグネシウム塩、亜鉛塩、アルミニウム塩がより好ましい。

【0089】

従って、上記有機酸多価金属塩としては、具体的には、例えば、ラウリン酸カルシウム、ラウリン酸マグネシウム、ラウリン酸亜鉛、ラウリン酸アルミニウム、ミリスチン酸カルシウム塩、ミリスチン酸マグネシウム塩、ミリスチン酸アルミニウム塩、ミリスチン酸亜鉛塩、パルミチン酸カルシウム塩、パルミチン酸マグネシウム塩、パルミチン酸アルミニウム塩、パルミチン酸亜鉛塩、ステアリン酸カルシウム塩、ステアリン酸マグネシウム塩、ステアリン酸亜鉛塩、ステアリン酸アルミニウム塩を挙げることができる。

【0090】

また、上記有機酸多価金属塩は、その一部が水酸化物等になっていてもよく、より具体的には、 $(\text{有機酸})_x \text{M}^{n+}(\text{OH})_{n-x}$  等で表される塩構造を有していてもよい。ここで、 $\text{M}^{n+}$ はn価金属イオン種を示し、xは1～nまでの整数、nは2以上の整数を表す。

【0091】

さらに、上記有機酸多価金属塩を構成する上記有機酸と上記金属塩との組み合わせについては、特に限定されるものではない。また、上記有機酸多価金属塩は、1種又は2種以上を混合して用いてもよい。

【0092】

上記有機酸多価金属塩は、全ての酸基が塩になったものに限らず、該有機酸多価金属塩中に少量の有機酸が含まれているもの、過剰の多価金属が含まれているものであってもよい。このうち、好ましくは、酸基（カルボキシル基）の全モル数のうち、90モル%以上が中和された塩、さらに好ましくは95～105モル%、より好ましくは98～102モル%、特に好ましくは99～101モル%が中和された中和塩が好適に用いられる。

【0093】

なお、上記有機酸として、例えばポリアクリル酸のような高分子酸を用いる場合には、該高分子酸が有する酸基（カルボキシル基）の全モル数のうち、95モル%以上が多価金属と塩を形成した中和塩であることが好ましく、より好ましくは98モル%以上、さらに好ましくは99モル%以上の酸基が中和されているとよい。また、使用する高分子酸の分子量は通常、重量平均分子量で10,000～5,000,000、好ましくは50,000～1,000,000のものが用いられる。

【0094】

また、上記有機酸多価金属塩は、粉末の形状であり、その粒子径は特に限定されるものではないが、通常、吸水性樹脂の重量（質量）平均粒子径よりも小さいものが好ましい。具体的には、本発明の粒子状吸水剤に含まれる全ての有機酸多価金属塩のうち、90質量%以上の有機酸多価金属塩の粒子径は、0を超えて100 $\mu\text{m}$ であり、好ましくは0.01～50 $\mu\text{m}$ 、より好ましくは0.01～10 $\mu\text{m}$ であるとよい。

【0095】

さらに、上記有機酸多価金属塩の融点は、好ましくは20℃以上250℃以下であり、より好ましくは40℃以上250℃以下、さらに好ましくは50℃以上250℃以下である。このうち、特に好ましくは60℃以上250℃以下であり、さらに好ましくは70℃

以上250℃以下であり、最も好ましくは80℃以上250℃以下である。上記有機酸多価金属塩の融点が250℃以上である場合には、吸水性樹脂の表面への該有機酸多価金属塩の付着性が低下し、吸水性樹脂から脱落する有機酸多価金属塩が増加するおそれがある。また、融点が20℃以下である場合には、得られる粒子状吸水剤の流動性が低下し、取り扱い性が低下するため、好ましくない。

【0096】

すなわち、吸水剤を工業的に取り扱う場合には、一般的には、該吸水剤が吸湿することを防ぐために吸水剤を保管するホッパー、吸水剤の輸送ライン、定量フィーダー等を加熱保温する手法が用いられ、これらは、通常30～80℃に加熱保温される。

【0097】

従来、吸湿時又は含水率0～20質量%未満の粉体特性の改善、特に流動性の改善に使用されているポリエチレングリコールや界面活性剤等の添加物は、一般に融点若しくはガラス転移温度の低いものが多い。そのため、室温での吸水剤の流動性が優れていても、吸水剤やおむつ等の製造時等には、製造装置や輸送ライン等による加温によって、上記添加物が溶融して、吸水剤の粉体としての流動性が低下し、取り扱い性が低下するという問題があった。しかしながら、本発明では、上記の融点を有する有機酸多価金属塩を用いているので、加温時の吸水剤の工業的な取り扱い性が低下することはない。

【0098】

なお、上記有機酸多価金属塩の融点については、実測してもよく、例えば、化学大辞典（化学大辞典編集委員会編、共立出版株式会社発行）等に記載されている値を用いてもよい。例えば、ステアリン酸亜鉛は128～130℃であり、ステアリン酸アルミニウムは103℃であり、ステアリン酸カルシウムは180℃であり、ステアリン酸マグネシウムは200℃である。そのため、これらの有機酸多価金属塩は、本発明の粒子状吸水剤として用いる場合に最適な融点を有するため、好適に用いられる。また、用いる有機酸多価金属塩を適宜選択すれば、広範囲に融点を調整することも可能である。ただし、実際の使用にあたっては、本発明の粒子状吸水剤が使用される温度以上の融点を有する有機酸多価金属塩を選択して使用することが好ましい。

【0099】

また、上記有機酸多価金属塩は、25℃での脱イオン水に対する溶解度が、難溶性又は不溶性であることが好ましく、例えば、脱イオン水1000mLに対して、0g/L以上10g/L以下であることが好ましく、より好ましくは0g/L以上5g/L以下、さらに好ましくは0g/L以上2g/L以下であるとよい。上記有機酸多価金属塩の溶解度が10g/Lを超えると、前述したように、尿や血液等の吸収液に有機酸多価金属塩が溶出する可能性があるため好ましくない。

【0100】

〔吸水剤（粒子状吸水剤）〕

＜粒子状吸水剤の製造方法＞

本発明の粒子状吸水剤は、後述する特定のパラメータを有するものであればよいが、好ましくは、上記した吸水性樹脂及び有機酸多価金属塩を含んでなるものであり、その製造方法は特に限定されず、例えば、以下に示す製法1～3の手法で製造することができる。なお、上記粒子状吸水剤に含まれる吸水性樹脂は、表面架橋が施されていない吸水性樹脂前駆体、表面架橋が施されている吸水性樹脂のいずれであってもよい。このうち、粒子状吸水剤の製造に際して、表面架橋された吸水性樹脂を用いる場合には、吸水性樹脂前駆体を得た後、該吸水性樹脂前駆体に、表面架橋剤と有機酸多価金属塩とを混合して添加して表面架橋された吸水性樹脂を得てもよく、あるいは、表面架橋された吸水性樹脂を得た後に、該表面架橋された吸水性樹脂と有機酸多価金属塩とを混合してもよい。

【0101】

これらの製法を一例として製造された本発明の粒子状吸水剤は、詳細は後述するが、質量平均粒子径、可溶性成分量、吸湿時の流動性指数（吸湿流動性指数）、吸湿流動性保持指数、加圧下吸収倍率、加圧下吸収倍率保持指数、最大挿入荷重、挿入仕事量、復元指数

等の特定のパラメータを有する。

【0102】

(製法1)

不飽和単量体の重合に用いられる内部架橋剤を含む単量体溶液に、有機酸多価金属塩を分散させて重合し、必要に応じて乾燥粉碎して吸水性樹脂前駆体を得、該吸水性樹脂前駆体の表面近傍に表面架橋処理を施して、本発明の粒子状吸水剤を製造する。

【0103】

(製法2)

吸水性樹脂前駆体に有機酸多価金属塩を添加して混合し、該吸水性樹脂前駆体の表面に表面架橋処理をして粒子状吸水剤を製造する。

【0104】

(製法3)

吸水性樹脂前駆体に表面架橋処理を施して表面架橋された吸水性樹脂を得、該表面架橋された吸水性樹脂に有機酸多価金属塩を添加して混合することによって製造する。

【0105】

上記の製法1～3のうち、製法1のように、不飽和単量体の重合時に単量体を添加してもよいが、本発明の粒子状吸水剤は、その目的のために、吸水性樹脂表面に有機酸多価金属塩が均一に付着した状態が好ましいことから、上記製法2又は3のように、吸水性樹脂前駆体又は表面架橋された吸水性樹脂に有機酸多価金属塩を添加することが好ましい。つまり、吸水性樹脂前駆体に対して表面架橋を行う時、あるいは、表面架橋された吸水性樹脂に、有機酸多価金属塩を添加することが好ましい。

【0106】

上記有機酸多価金属塩は、通常粉体であるので、例えば、(i)ドライブレンド法によって、吸水性樹脂に、粉体状の有機酸多価金属塩を直接混合する方法、(ii)前述した表面架橋処理に際して用いられる表面架橋剤と水及び／又は親水性有機溶媒とが混合されてなる表面架橋溶液に、有機酸多価金属塩をスラリー状に分散させて、吸水性樹脂前駆体と混合する方法、(iii)水及び／又は親水性有機溶媒中に、有機酸多価金属塩をスラリー状に分散させて、吸水性樹脂と混合する方法を用いて、吸水性樹脂と有機酸多価金属塩とを混合すればよい。

【0107】

上記(ii)及び(iii)のように、有機酸多価金属塩をスラリー状に分散させて、吸水性樹脂と混合する場合には、用いる水及び／又は親水性有機溶媒からなる分散溶媒の添加量は、吸水性樹脂の種類や粒度(粒子径)によって異なる。例えば、上記分散溶媒として水を用いた場合には、通常、吸水性樹脂の固形分100質量部に対して、10質量部以下、好ましくは1～5質量部の範囲がよい。また、上記分散溶媒として親水性有機溶媒を用いた場合には、通常、吸水性樹脂の固形分100質量部に対して、10質量部以下、好ましくは0.1～5質量部の範囲とするとよい。

【0108】

さらに、上記分散溶媒に分散される有機酸多価金属塩の濃度は、使用する有機酸多価金属塩の種類や分散溶媒の種類、得られるスラリーの粘性に応じて適宜選択され、特に限定されないが、通常、有機酸多価金属塩及び分散溶媒の合計質量に対して0.001～30質量%であり、0.01～10質量%の範囲であることが好ましい。上記有機酸多価金属塩と混合する際の吸水性樹脂の粉体温度は、室温以上であればよく、粒子状吸水剤の安定した吸水特性や吸湿時の流動性を得るためには、通常40℃以上、好ましくは40～300℃、より好ましくは50℃～250℃、さらに好ましくは60～250℃で混合するとよい。

【0109】

本発明の粒子状吸水剤に含まれる有機酸多価金属塩の含有量は、得られる粒子状吸水剤に求められる吸湿時の流動性や吸収特性によっても異なるが、吸水性樹脂の固形分100質量部に対して、0を超えて10質量部未満の範囲が好ましく、より好ましくは0.00

1質量部以上10質量部未満、さらに好ましくは0.001質量部以上7質量部以下、よりさらに好ましくは0.01質量部以上5質量部以下、最も好ましくは0.01質量部以上3質量部以下であるとよい。このうち、特に、0.05質量部以上1質量部以下であることが好ましい。上記有機酸多価金属塩の含有量が10重量部以上である場合、該含有量に見合った吸湿時の流動性や機械的衝撃力に対する吸水性能の低下防止の効果が得られず不経済であるとともに、吸水性能の低下を招来するおそれがある。

【0110】

上記吸水性樹脂と有機酸多価金属塩とを混合する混合装置としては、通常、混合に用いられる混合装置であればよい。例えば、円筒型混合機、スクリュウ型混合機、スクリュウ型押出機、タービュライザー、ナウター型混合機、V型混合機、リボン型混合機、双腕型ニーダー、流動式混合機、気流型混合機、回転円盤型混合機、ロールミキサー、転動式混合機等を挙げることができ、混合の際の速度は高速、低速を問わない。

【0111】

＜粒子状吸水剤に含まれるその他の成分＞

本発明の粒子状吸水剤には、上記した成分（吸水性樹脂、有機酸多価金属塩、内部架橋剤、重合開始剤、表面架橋剤等）の他に、さらに各種の性能を付与するために、無機粉末等の不溶性微粒子や水等の親水性溶媒を添加して、吸水性樹脂等の造粒を行ってもよい。

【0112】

例えば、上記無機粉末としては、具体的には、例えば、二酸化珪素や酸化チタン等の金属酸化物、天然ゼオライトや合成ゼオライト等の珪酸（塩）、カオリン、タルク、クレイ、ベントナイト等が挙げられる。このうち、二酸化珪素及び珪酸（塩）がより好ましく、コールターカウンター法により測定された平均粒子径が $200\mu\text{m}$ 以下の二酸化珪素及び珪酸（塩）が好ましい。

【0113】

上記無機粉末の添加量は、粒子状吸水剤に含まれる各種成分と無機粉体との組み合わせにもよるが、吸水性樹脂100質量部に対し、0～6質量部であればよく、0.001～5質量部であることがより好ましく、0.01～3質量部であることが特に好ましい。上記無機粉末の添加量が上記の範囲を超えると、有機酸多価金属塩による衝撃吸収能力を超えてしまい、衝撃力を受けたときの吸水特性の低下を防止することが困難となるおそれがある。

【0114】

吸水性樹脂と無機粉体との混合方法は、特に限定されるものではなく、例えば、粉体同士を混合するドライブレンド法、湿式混合法等を採用することができるが、ドライブレンド法がより好ましい。

【0115】

また、本発明の粒子状吸水剤には、さらに、必要に応じて、消臭剤、抗菌剤、香料、発泡剤、顔料、染料、可塑剤、粘着剤、界面活性剤、肥料、酸化剤、還元剤、水、塩類、キレート剤、殺菌剤、ポリエチレングリコールやポリエチレンジアミン等の親水性高分子、パラフィン等の疎水性高分子、ポリエチレンやポリプロピレン等の熱可塑性樹脂、ポリエステル樹脂やウリア樹脂等の熱硬化性樹脂等を添加する等、種々の機能を付与するために種々の添加剤を添加する工程を含んでもよい。これらの添加剤の添加量は、吸水性樹脂100質量部に対して、0～30質量部であればよく、好ましくは0～10質量部であり、より好ましくは0～1質量部であるとよい。

【0116】

＜粒子状吸水剤の粒子径＞

本発明の粒子状吸水剤は、前記したように、吸水性樹脂、有機酸多価金属塩、その他の成分等を含んでなり、必要に応じて、水不溶性微粒子や親水性溶媒等によって造粒される。そのため、粒子状吸水剤は、粒子状吸水剤の質量に対して、好ましくは、 $850\mu\text{m}$ 未満で $106\mu\text{m}$ 以上の粒子が90質量%以上100質量%以下含まれており、より好ましくは、 $850\mu\text{m}$ 未満で $106\mu\text{m}$ 以上の粒子が95質量%以上100質量%以下含

まれており、さらには98質量%以上100質量%以下含まれているとよい。なお、上記造粒を行う場合には、粒子状吸水剤が上記の粒子径となるように調整することが好ましい。

【0117】

粒子状吸水剤に含まれる106 $\mu$ m未満の粒子が10質量%を超えると、吸収物品として用いて、血液や尿等の水性溶液を吸収する際に、粒子状吸水剤と繊維基材等とを加工して得られる吸収体への水性溶液の拡散性が阻害され、また、粒子状吸水剤と空気との接触面積が増加して、粒子状吸水剤が可溶化しやすくなるので好ましくない。これに対し、粒子状吸水剤に含まれる850 $\mu$ mを超える粒子が10質量%を超えると、粒子状吸水剤の吸水速度が遅くなり、さらに吸収物品として用いる場合に、吸収体の肌触りが悪く異物感が現れるので好ましくない。

【0118】

<粒子状吸水剤の水可溶性成分量(可溶分量)>

本発明における粒子状吸水剤のうちの水可溶性成分量(可溶分量)は、好ましくは、粒子状吸水剤の質量に対して、0~30質量%であり、より好ましくは0~25質量%であり、さらに好ましくは0~20質量%であり、特に好ましくは0~15質量%であり、このうち最も好ましくは0~10質量%である。上記可溶分量が上記範囲を超えると、吸収物品に上記粒子状吸水剤を用いた場合に、吸水時に可溶分が吸収体に溶出され、吸収体への血液や尿等の液の拡散性が阻害する可能性があるため、好ましくない。

【0119】

<粒子状吸水剤の加圧下吸収倍率>

本発明の粒子状吸水剤は、2.06kPa及び/又は4.83kPaの圧力下(荷重下)での加圧下吸収倍率が、15g/g以上、好ましくは18g/g以上、より好ましくは20g/g以上、さらに好ましくは23g/g以上、最も好ましくは25g/g以上である。また、加圧下吸収倍率の上限は特に限定されず高い方が好ましいが、製造コスト等の経済性とのバランスにより、上限は50g/g以下、好ましくは45g/g以下であるとよい。

【0120】

なお、2.06kPa及び4.83kPaの荷重下での加圧下吸収倍率を用いたのは、本発明の粒子状吸水剤を紙おむつ等の衛生材料として使用した場合に、乳幼児の寝ている状態及び座った状態で、粒子状吸水剤に付与される荷重を想定したためである。

【0121】

また、本発明の粒子状吸水剤は、該粒子状吸水剤に衝撃力を与えた場合においても、加圧下吸収倍率がほとんど低下しない。それゆえ、粒子状吸水剤の製造時における機械的な破壊による吸水特性の劣化を防止し、吸収物品等を作成する際に受ける機械的衝撃力による吸水性能の低下や、吸湿時の流動性の低下が少ない。

【0122】

上記衝撃力を受けた場合の粒子状吸水剤の加圧下吸収倍率は、加圧下吸収倍率保持指数によって評価することができる。ここで、加圧下吸収倍率保持指数とは、衝撃力を受ける前後における粒子状吸水剤の加圧下吸収倍率の変化を表す指数であり、詳細は後述の実施例で説明する。本発明の粒子状吸水剤は、上記加圧下吸収倍率保持指数が、好ましくは0.90以上であり、より好ましくは0.95~1.10であり、さらに好ましくは0.95~1.00である。

【0123】

このように、本発明の粒子状吸水剤は、機械的衝撃力による吸水特性の変化が少ないため、作成されるオムツ等の吸収物品の吸収特性を正確に予測し、管理することが可能となる。また、従来のように、吸水性樹脂の吸収性能が高いにも関わらず、吸収物品等の作成途中で、吸収特性低下が生じてしまうということはない。従って、吸収物品の吸収性能や、品質管理上を安定させるために吸収物品に用いる粒子状吸水剤の使用量を設計より増量する必要がないため、吸収物品の作成時に、粒子状吸水剤の使用量を低減することができ

る。

【0124】

＜粒子状吸水剤の吸湿時の流動性＞

本発明の粒子状吸水剤の吸湿時の流動性である吸湿流動性とは、25℃相対湿度90%RHにて放置したブロッキング、ケーキング、又は粉体としての流動性について評価したものである。本発明の粒子状吸水剤は、該粒子状吸水剤の含水率が約10～30質量%、特に15～30質量%の範囲では、ブロッキングやケーキングが生じず粉体状であり、優れた吸湿流動性を示す。

【0125】

上記吸湿流動性を評価するために用いる流動性指数（後述の篩通過量）は、本発明の粒子状吸水剤では、90質量%以上100質量%以下であり、好ましくは95質量%以上100質量%以下であり、より好ましくは98質量%以上100質量%以下である。

【0126】

また、上記衝撃力を受けた場合の粒子状吸水剤の吸湿流動性は、吸湿流動性保持指数によって評価することができる。ここで、吸湿流動性保持指数とは、衝撃力を受ける前後における粒子状吸水剤の吸湿流動性の変化を表す指数である。本発明の粒子状吸水剤は、吸湿流動性保持指数が0.90以上であり、好ましくは0.95～1.10であり、より好ましくは0.97～1.10であり、特に好ましくは0.97～1.00である。上記粒子状吸水剤は、衝撃力が与えられた後でも、吸湿時の流動性が低下することなく、良好かつ安定した吸湿流動性を有している。なお、上記流動性指数及び吸湿流動性保持指数については、後述の実施例で詳述する。

【0127】

従って、吸収物品の製造プロセス上での機械的衝撃による吸湿流動性の低下、それに伴う粒子状吸水剤に含まれる粒子の合一やブロッキングを防ぐことができる。これにより、製造装置内部での粉体詰まり等により、該製造装置が作動不能となること等を防ぐことができる。

【0128】

＜粒子状吸水剤の形状＞

一般に、吸水剤の形状としては、例えば、米国特許5244735号公報の図1・2に記載の逆相懸濁重合で得られる球形状及び／又は楕円体状ないしウイナーソーセージ状の一次粒子形状や、NON WOVEDS WORLD October-November 2000 (Marketing Technology Service, Inc. 出版) の75頁の図1に記載されるような凝集した数珠 (Agglomerated Beads) のような球形状粒子及び／又は楕円体状粒子が凝集した該一次粒子造粒物の形状、米国特許5981070号公報の図2・3・4や上記NON WOVEDS WORLD October-November 2000の75頁の図1のCrystalsのような単量体水溶液を重合した含水ゲル状重合体の破砕物に由来する形状である不定形状やその造粒物の形状が挙げられる。

【0129】

本発明の粒子状吸水剤の形状は、球状の一次粒子以外であり、かつ、楕円球状（楕円体状）の一次粒子以外の形状が好ましく、より好ましくは球形状粒子若しくは楕円体状粒子の造粒物、又は、単量体の水溶液を重合して得られる含水ゲル状重合体の破砕物に由来する不定形状若しくはその造粒物の形状であり、特に好ましくは、不定形状若しくはその造粒物の形状である。

【0130】

球形状の一次粒子及び／又は楕円体状の一次粒子が好ましくない理由は、吸収物品等を作成する際に、パルプ等の繊維材料との混合性が低く、また、粒子状吸水剤と繊維材料とを混合してなる吸収体から該粒子状吸水剤が脱落しやすいためである。それゆえ、球形状の一次粒子及び／又は楕円体状の一次粒子の吸水剤を用いると、吸収体中に吸水剤を均一に分布させることが難しくなるという問題が生じる。

【0131】

＜粒子状吸水剤の粉体特性＞

本発明の粒子状吸水剤は、吸湿時やゲル状態のみならず、含水率が0～20質量%の、さらには含水率が0～10質量%の乾燥状態においても付着性が少なく、内部摩擦係数又は内部摩擦角が小さいために安息角が小さくなっているため、粉体状で優れた流動性を示す。上記内部摩擦係数や内部摩擦角は、粒子層の剪断試験によって求めることができる。粉体の剪断試験を行う装置には、剪断箱式、リング剪断式、あるいは平行平板式等があり、例えば、Jenike Shear Cell等を挙げることができる。

【0132】

一般的に、逆相懸濁重合法で得られる球形状の一次粒子及び／又は楕円体状の一次粒子は、流動性が高いことが知られている。一方、いわゆる不定形の粒子、球状の一次粒子以外で、かつ、楕円球状の一次粒子以外の形状を有する粒子、例えば水溶液重合法により製造される不定形破碎状粒子や、逆相懸濁重合法で得られる粒子であっても、その球形状の一次粒子及び／又は楕円体状の一次粒子の造粒物として得られる粒子の粉体流動性は、その粒子の歪さによって内部摩擦係数が高く、極めて低い流動性を示す。

【0133】

それゆえ、上記内部摩擦係数の高い粒子からなる吸水剤は、空気輸送時の輸送抵抗、パドル式輸送機での輸送時の輸送抵抗、スクリュウ式輸送機での輸送抵抗の増大を招く。すなわち、従来、球状の一次粒子以外で、かつ、楕円球状の一次粒子以外の形状を有する、いわゆる不定形の粒子を取り扱う場合には、製造装置、輸送装置内で吸水剤が詰まり、過負荷によって、これらの装置が頻繁に停止するという問題が生じている。

【0134】

また、従来、吸湿環境下での流動性を確保するために、吸水剤に無機物質を添加することが一般的に行われている。吸水剤に無機物質を添加すると、特に含水率が0～20質量%の乾燥状態の状態での流動性が悪くなり、製造装置、輸送装置内での吸水剤の詰まり、過負荷によるこれら装置の停止が頻発するようになる。

【0135】

しかしながら、本発明の粒子状吸水剤は、上記にて説明した吸水性樹脂及び有機酸多価金属塩を含むことにより、球状の一次粒子以外で、かつ、楕円球状の一次粒子以外の形状を有する粒子状吸水剤であっても、圧密状態での粉体としての流動性（以下、粉体流動性）が極めて高い。

【0136】

そこで、本発明者等は、粒子状吸水剤の粉体流動性を評価し、該評価によって所定の粉体流動性を示すものであれば、球状の一次粒子以外で、かつ、楕円球状の一次粒子以外の形状を有する粒子状吸水剤であっても、製造装置や輸送装置での取り扱い性に優れた粉体流動性が得られると考え、下記に示す2つの評価方法によって、粒子状吸水剤の粉体流動性を評価した。

【0137】

すなわち、粉体流動性の第一の評価方法では、圧密状態にある粒子状吸水剤に、挿入部材であるプローブ（金属棒）を垂直に20mm挿入し、20mmまで挿入したときの最大挿入荷重（probe insertion load by 20mm insertion、PIL）、及び、20mmまで挿入したときの挿入仕事量（probe insertion work by 20mm insertion、PIW）によって評価する。この第一の評価方法では、20mmまで挿入したときのPILや、20mmまで挿入したときのPIWが低いほど、粒子状吸水剤の粉体としての内部摩擦係数や摩擦力が低く、粒子状吸水剤の滑り性が高いことを示す。

【0138】

従来知られている多くの吸水性樹脂や吸水剤では、該吸水性樹脂や吸水剤の粉体としての摩擦力が高いために、本発明の20mmというプローブ挿入距離（probe insertion distance、PID）を達成することすら不可能な場合が多い。

【0139】

これに対し、本発明の粒子状吸水剤は、球状の一次粒子以外で、かつ、楕円球状の一次粒子以外の形状を有する不定形の粒子であるが、20mmまで挿入したときのPILが低



い。具体的には、上記PILは、0g重以上5000g重以下であり、好ましくは0g重以上3000g重以下であり、より好ましくは0g重以上2000g重以下であり、さらに好ましくは0g重以上1000g重以下であり、このうち、特に好ましくは0g重以上900g重以下であり、さらに好ましくは0g重以上700g重以下であり、最も好ましくは0g重以上500g重以下である。

【0140】

また、本発明の粒子状吸水剤は、20mmまで挿入したときのPIWが、0g重×mm以上50,000g重×mm以下であり、好ましくは0g重×mm以上30,000g重×mm以下であり、より好ましくは0g重×mm以上10,000g重×mm以下であり、さらにより好ましくは0g重×mm以上8,000g重×mm以下であり、特に好ましくは0g重×mm以上7,000g重×mm以下である。このうち、0g重×mm以上6,500g重×mm以下であることが好ましく、0g重×mm以上6,000g重×mm以下であることがより好ましく、0g重×mm以上5,000g重×mm以下であることが最も好ましい。PIWが上記範囲を超える場合は、粒子状吸水剤の内部摩擦係数や摩擦力が高くなり、粉体流動性に優れた吸水剤を得ることが困難となる。

【0141】

一方、粉体流動性の第二の評価方法では、圧密状態にある粉体状吸水剤にプローブ（金属棒）を20mm挿入する操作を2回連続で行い、一回目の挿入仕事量に対する二回目の挿入仕事量（再挿入仕事量）の比率に基づいて評価を行う。この比率は、20mmまで挿入したときの復元指数（recovery index by 20mm insertion、RI）として定義される。この第二の評価方法では、RIが高く、100%に近いほど粉体流動性が高く、粒子同志の付着力が小さいことを示す指標となる。

【0142】

本発明で得られる粒子状吸水剤は、球状の一次粒子以外で、かつ、楕円球状の一次粒子以外の形状を有する不定形の粒子であるが、20mmまで挿入したときのRIが55%以上であり、好ましくは60%以上であり、より好ましくは65%以上100%以下であり、このうち、特に好ましくは60%以上100%以下であり、最も好ましくは75%以上100%以下である。

【0143】

上記粉体流動性については、0～100℃の温度範囲で、PIL、PIW及びRIが上記した範囲を超えないことが好ましく、より好ましくは30～80℃、さらに好ましくは50～80℃、このうち、特に好ましくは60～80℃、最も好ましくは70～80℃の範囲で、PIL、PIW及びRIが上記範囲を超えないことが好ましい。また、本発明の粒子状吸水剤は、衝撃力が与えられた後においても、粉体流動性が低下することなく、PIL、PIW及びRIが上記範囲の値を有している。

【0144】

本発明者等が提案する上記した2つの粉体流動性の評価方法は、従来用いられてきた流速（flow rate）、安息角等の粉体評価手法に比べて、より明確に、かつ詳細に粉体流動性を区別することができる優れた手法である。それゆえ、上記した本発明の評価方法を用いて粒子状吸水剤を評価すれば、低いPIL、低いPIW、及び、高いRIを達成し得る極めて流動性に富んだ特性を示す粒子状吸水剤を選別することができる。なお、上記PIL、PIW、PID、RIの詳細な算出方法については、後述の実施例で詳細に説明する。

【0145】

このように、粉体流動性の上記第一・第二の評価方法を用いて、所定の粉体流動性を示す粒子状吸水剤を選別することにより、粉体流動性の高い粒子状吸水剤粉体を確実に提供することができる。これにより、例えば、粒子状吸水剤の空気輸送時の輸送抵抗、パドル式輸送機での輸送時の輸送抵抗、スクリー式輸送機での輸送抵抗を低減することができ、従来頻発していた製造装置、輸送装置内での詰まり、過負荷による装置の停止を回避することができる。

## 【0146】

さらに、本発明で得られる粒子状吸水剤に含まれる有機酸多価金属塩は高い融点を有するため、前記したように加熱保温することが可能であるが、加熱保温条件下においても、室温とほとんど変わらない粉体流動性を確保することができる。

## 【0147】

このように、本発明の粒子状吸水剤は、吸湿下での流動性と粉体の流動性の両方を改善することができるとともに、非常に高い流動性を確保することができる。また、本発明の粒子状吸水剤は、乾燥時における粉体流動性に富んでいるので、機械的ダメージを緩和し、機械的ダメージによる加圧下吸収倍率の低下、吸湿流動性の低下を抑制することができる。

## 【0148】

従って、本発明の粒子状吸水剤は、上記のように優れた粉体流動性を有するため、該粒子状吸水剤を使用した場合の吸収体等の製造プロセス等で使用するホッパーや粉体貯蔵槽等の簡素化に有用となる。

## 【0149】

## 〔吸収体・吸収物品〕

本発明の粒子状吸水剤は、吸水を目的とした用途に用いられ、吸収体や吸収物品として広く使用されるが、特に、尿や血液等の体液の吸収のための衛生材料として好適に用いられる。本発明の吸収体や吸収物品は、本発明の粒子状吸水剤を含んでなるものである。

## 【0150】

ここで、上記吸収体とは、吸水性樹脂と親水性繊維とを主成分して成型された吸収材をいう。上記吸収体は、吸水剤と親水性繊維との合計質量に対する粒子状吸水剤の含有量（コア濃度）が20～100質量%であることが好ましく、30～100質量%であることがより好ましく、特に好ましくは40～100質量%の範囲である。本発明の粒子状吸水剤は、コア濃度が高いほど、吸収体や吸収物品等の作成時における粒子状吸水剤の吸収特性低下効果が顕著に表れてくるものとなる。

## 【0151】

また、上記吸収物品とは、上記吸収体、液透過性を有する表面シート、及び液不透過性を有する背面シートを備えてなるものである。上記吸収性物品は、まず、例えば、親水性繊維等の繊維基材と粒子状吸水剤とをブレンド又はサンドイッチして吸収体（吸収コア）を作成し、該吸収コアを、液透過性を有する表面シートと液不透過性を有する背面シートでサンドイッチする。その後、必要に応じて、弾性部材、拡散層、粘着テープ等を装備することにより、大人用紙オムツや生理用ナプキン等の吸収物品が得られる。なお、このとき、上記吸収コアは、密度0.06～0.50g/cm<sup>3</sup>、坪量0.01～0.20g/cm<sup>2</sup>の範囲に圧縮成形される。また、用いられる繊維基材としては、例えば、粉碎された木材パルプ等の親水性繊維、コットンリントーや架橋セルロース繊維、レーヨン、綿、羊毛、アセテート、ビニロン等を例示できる。これらの繊維基材は、好ましくはエアレイドしてなるものがよい。

## 【0152】

本発明は上述した実施形態に限定されるものではなく、請求項に示した範囲で種々の変更が可能である。すなわち、請求項に示した範囲で適宜変更した技術的手段を組み合わせ得られる実施形態についても本発明の技術的範囲に含まれる。

## 【実施例】

## 【0153】

以下、実施例及び比較例により、本発明を更に詳細に説明するが、本発明はその要旨を超えない限りこれらの実施例等に限定されるものではない。なお、無加圧下での吸収倍率、加圧下吸収倍率、重量（質量）平均粒子径、吸湿流動性指数、衝撃力、吸湿流動性保持指数、加圧下吸収倍率保持指数、水可溶性成分量（可溶分量）、固形分率、含水率、戻り量、拡散率、最大挿入荷重、挿入仕事量、挿入距離、復元指数の評価は以下のように行った。

## 【0154】

また、特に記載ない場合、「部」は質量部(重量部)を意味する。さらに、後述する吸水剤又は吸水性樹脂の上記のパラメータ測定に際しては、通常そのままの吸水剤又は吸水性樹脂を用いて測定を行った。ただし、吸水剤又は吸水性樹脂が過度に吸湿している場合、すなわち、例えば、おむつ等の吸収物品から採取した吸水剤又は吸水性樹脂については、例えば60℃で恒量になるまで減圧乾燥する等によって、適宜乾燥し、含水率を $7 \pm 1$ 質量%以下、好ましくは $5 \pm 1$ 質量%以下に調整して測定を行った。

## 【0155】

〔無加圧下での吸収倍率(0.90質量%塩化ナトリウム水溶液に対する無加圧下、60分間の吸収倍率(GV, Gel Volume))〕

粉末状吸水剤(以下、吸水剤)又は吸水性樹脂0.2gを、不織布製の袋(60mm×60mm)に均一に入れ、25℃に調温した大過剰(例えば100g以上)の0.9質量%塩化ナトリウム水溶液(生理食塩水)中に浸漬した。60分後に袋を引き上げ、遠心分離機を用いて250Gで3分間水切りを行った後、袋の重量W2(g)を測定した。

## 【0156】

また、同様の操作を、吸水剤及び吸水性樹脂を用いに行い、そのときの重量W1(g)を測定した。そして、これら重量W1、W2から、下記(式4)に従って無加圧下での吸収倍率(g/g)を算出した。

## 【0157】

無加圧下での吸収倍率(g/g) = (重量W2(g) - 重量W1(g)) / 吸水剤又は吸水性樹脂の重量(g) … (式4)

〔加圧下吸収倍率(0.90質量%塩化ナトリウム水溶液に対する2.06kPa下、60分間の吸収倍率(AAP1))〕

内径60mmのプラスチック支持円筒の底に、ステンレス製400メッシュ(目開き38μm)を融着させ、室温(20~25℃)、相対湿度50%RHの条件下で、上記メッシュ上に吸水剤又は吸水性樹脂0.90gを均一に散布した。該吸水性樹脂又は吸水剤に対して、2.06kPa(0.3psi)の荷重を均一に加えることができるように調整された、外径が60mmよりわずかに小さく、支持円筒に隙間が生じず、かつ上下の動きが妨げられないピストンと荷重とをこの順に載置し、この測定一式の質量Wa(g)を測定した。直径150mmのペトリ皿の内側に、直径90mmのガラスフィルター(株式会社相互理化学硝子製作所製、細孔直径100~120μm)を置き、0.90質量%の塩化ナトリウム水溶液(20~25℃)をガラスフィルターの上面と同じレベルになるように加えた。

## 【0158】

その上に、直径90mmのろ紙1枚(ADVANTAEC東洋株式会社、品名:定量ろ紙Qualitative Filter Papers(JIS P 3801、No.2)、厚さ0.26mm、保留粒子径5μm)を載せ、ろ紙表面が全て濡れるようにし、かつ過剰の液を除いた。

## 【0159】

上記測定装置一式を、前記湿ったろ紙上に載せ、液を荷重下で吸収させた。1時間(60分)後、測定装置一式を持ち上げ、その質量Wb(g)測定した。そして、Wa、Wbから、下記(式5)に従って、加圧下吸収倍率AAP1(g/g)を算出した。

## 【0160】

加圧下吸収倍率AAP1(g/g) = (Wb(g) - Wa(g)) / 吸水剤又は吸水性樹脂の質量(0.9g) … (式5)

〔加圧下吸収倍率(0.90質量%塩化ナトリウム水溶液に対する4.83kPa、60分間の吸収倍率(AAP2))〕

吸水性樹脂又は吸水剤に対する荷重を、2.06kPaから、4.83kPa(0.7psi)に変更する以外は、前記したAAP1の算出と同様の操作を行い、下記(式6)に従って、加圧下吸収倍率AAP2(g/g)を算出した。

## 【0161】

加圧下吸収倍率AAP2 (g/g) = (Wb (g) - Wa (g)) / 吸水剤又は吸水性樹脂の質量 (0.9 g) … (式6)

〔重量(質量)平均粒子径〕

吸水剤又は吸水性樹脂を、850μm、710μm、600μm、500μm、425μm、300μm、212μm、150μm、106μm、75μm等のJIS標準ふるいで篩い分けし、百分率を対数確率紙にプロットした。そして、R=50%に相当する粒子径から、重量平均粒子径(D50)を読み取った。

【0162】

また、粒径分布については、下記(式7)で表される対数標準偏差値σを指標として用いた。ここでは、σの値が0に近いほど、粒径分布が狭いことを意味する。

【0163】

$\sigma = 1 / 2 \ln (X2 / X1)$  … (式7)

(式中、X1、X2は、それぞれ、R=84.1%、R=15.9%のときの粒子径を表す。)

篩い分けは、吸水剤又は吸水性樹脂の粉末10gを、室温(20~25℃)、相対湿度50%RHの条件下で、目開き850μm、710μm、600μm、500μm、425μm、300μm、212μm、150μm、106μm、75μm等のJIS標準ふるい(The IIDA TESTING SIEVE: 内径80mm)に仕込み、ロータップ型のふるい振盪機(株式会社飯田製作所製ES-65型ふるい振盪機)により10分間分級した。なお、重量平均粒子径(D50)は、米国特許5051259号公報等に準じて測定される。

【0164】

〔吸湿流動性指数〕

直径52mmのアルミカップに、吸水剤又は吸水性樹脂約2gを均一に散布した後、温度25℃、相対湿度90±5%RH下の恒温恒湿機(PLATINOUS LUCIFER PL-2G タバイエスベック(TABAI ESPEC)社製)中で1時間放置した。1時間後、上記アルミカップに入った吸水剤又は吸水性樹脂を、JIS8.6メッシュ(目開き2000μm)のJIS標準ふるい(The IIDA TESTING SIEVE: 内径80mm)の上に静かに移し、ロータップ型ふるい振盪機(株式会社飯田製作所製ES-65型ふるい振盪機;回転数230rpm、衝撃数130rpm)を用いて、室温(20~25℃)、相対湿度50%RHの条件下で5秒間分級し、上記メッシュ上に残存した吸水剤又は吸水性樹脂の重量(i(g))と該メッシュを通過した吸水剤又は吸水性樹脂の重量(j(g))を測定した。そして、下記(式8)に従って、吸湿時の流動性指数である吸湿流動性指数を算出した。なお、本発明の吸湿流動性指数は、(式8)によって定義されるものを指す。

【0165】

吸湿流動性指数(重量%) = ((j(g)) / (i(g) + j(g))) × 100

… (式8)

〔衝撃力〕

吸水剤又は吸水性樹脂に衝撃力を与える方法については、日本国特開平9-235378号の7頁の段落〔0049〕～〔0053〕や、米国特許6071976号のカラム7、60行～カラム8、26行に記載の方法を用い、該文献に記載の衝撃力Bを吸水剤又は吸水性樹脂に与えた。

【0166】

すなわち、まず、吸水剤又は吸水性樹脂30.0gを、玉径6mmのガラスビーズ10.0gとともに内容積125mLの容器(山村硝子(株)製マヨネーズ瓶、商品名A-29:米国特許6071976号の図12・容器41参照)に入れ、該容器を密閉した後、分散機(株式会社東洋精機製作所製、No. 488試験用分散機:米国特許6071976号の図14)に備え付け、該分散機を用いて100V/60Hzで振動速度回転数750rpmの振動を30分間与えることにより、吸水剤又は吸水性樹脂に衝撃力を与えた。

【0167】

〔吸湿流動性保持指数〕

吸湿流動性保持指数とは、吸水剤又は吸水性樹脂に、前記した衝撃力を与える前後における吸湿流動性指数を比で表したものであり、衝撃力を与える前後で、吸水剤又は吸水性樹脂の吸湿流動性指数を、前記した(式8)に基づいて算出し、下式(式1)に基づいて、算出された吸湿流動性指数から、吸湿流動性保持指数を求めた。

【0168】

$$\text{吸湿流動性保持指数} = Y / X \quad \cdots (\text{式1})$$

(式中、Xは、衝撃力を与える前の吸湿流動性指数であり、Yは、衝撃力を与えた後の吸湿流動性指数)

〔加圧下吸収倍率保持指数〕

加圧下吸収倍率保持指数とは、吸水剤又は吸水性樹脂に、前記した衝撃力を与える前後における加圧下吸収倍率を比で表したものである。具体的には、衝撃力を与える前後で、吸水剤又は吸水性樹脂の、前記した加圧下吸収倍率AAP1・AAP2を測定し、下記(式2)及び(式3)に基づいて、2.06kPa及び4.83kPaのそれぞれの荷重下における加圧下吸収倍率保持指数を算出した。なお、以下では、2.06kPaの荷重下における加圧下吸収倍率保持指数を、第一の加圧下吸収倍率保持指数とし、4.83kPaの荷重下における加圧下吸収倍率保持指数を、第二の加圧下吸収倍率保持指数と記載する。

【0169】

$$\text{第一の加圧下吸収倍率保持指数} = Q1 / P1 \quad \cdots (\text{式2})$$

(式中、P1は、所定の衝撃力を与える前の2.06kPaの荷重下での加圧下吸収倍率であり、Q1は、所定の衝撃力を与えた後の2.06kPaの荷重下での加圧下吸収倍率を表す)

$$\text{第二の加圧下吸収倍率保持指数} = Q2 / P2 \quad \cdots (\text{式3})$$

(式中、P2は、所定の衝撃力を与える前の4.83kPaの荷重下での加圧下吸収倍率であり、Q2は、所定の衝撃力を与えた後の4.83kPaの荷重下での加圧下吸収倍率を表す)

〔水可溶成分量(可溶分量)〕

250mL容量の蓋付きプラスチック容器に、0.900質量%塩化ナトリウム水溶液184.3gを測り取り、該水溶液中に吸水剤又は吸水性樹脂1.00gを加えて、全長40mm×直径8mmの大きさの攪拌子(例えば、株式会社相互理化学硝子製の攪拌子A)を用いて渦の深みが約2cmになるように(例えば、250～350rpm)、マグネチックスターラーによって、16時間攪拌することにより吸水剤又は吸水性樹脂中の可溶分を抽出した。この抽出液を、濾紙1枚(ADVANTEC東洋株式会社、品名:定量ろ紙Qualitative Filter Papers (JIS P 3801、No.2)、厚さ0.26mm、保留粒子径5μm)を用いて濾過することにより得られた濾液の50.0gを測り取り、測定溶液とした。

【0170】

次いで、吸水剤又は吸水性樹脂が添加されていない生理食塩水を、まず、0.1NのNaOH水溶液を用いて、pH10まで滴定を行い、その後、0.1NのHCl水溶液でpH2.7まで滴定して、空滴定量([bNaOH]mL、[bHCl]mL)を得た。

【0171】

上記と同様の滴定操作を、上記の測定溶液についても行うことにより、滴定量([NaOH]mL、[HCl]mL)を求めた。

【0172】

その後、上記空滴定量、および、測定溶液の滴定量に基づいて、吸水剤又は吸水性樹脂中の可溶分量を算出した。すなわち、例えば既知量のアクリル酸とそのナトリウム塩からなる吸水剤又は吸水性樹脂の場合、そのモノマーの平均分子量と上記操作により得られた滴定量をもとに、吸水剤又は吸水性樹脂中の可溶分量を下記(式9)により算出することができる。

【0173】

可溶分(重量%) =  $0.1 \times (\text{平均分子量}) \times 184.3 \times 100 \times ([\text{HCl}] - [\text{bHCl}]) / 1000 / 1.0 / 50.0$  … (式9)

また、未知量の成分からなる吸水剤又は吸水性樹脂を用いる場合には、上記の滴定から、下記(式10)に基づいて求めた中和率を用いて、モノマーの平均分子量を算出し、吸水剤又は吸水性樹脂中の可溶分量を上記(式9)によって算出する。

【0174】

中和率(mol%) =  $(1 - ([\text{NaOH}] - [\text{bNaOH}]) / ([\text{HCl}] - [\text{bHCl}])) \times 100$  … (式10)

なお、例えば、カルボキシル基を含有しない等の不飽和単量体を用いて得られる吸水性樹脂、上記の方法で測定することができない吸水剤又は吸水性樹脂である場合には、米国再発行特許Re 37021号公報のカラム23の10～55行に記載の重力測定によって水可溶成分量を測定する。

【0175】

〔固形分率及び含水率〕

吸水剤又は吸水性樹脂1.000gを前記アルミカップ(直径52mm)に入れ、180℃の無風オープンで3時間加熱し、その乾燥減量に基づいて、吸水剤又は吸水性樹脂の固形分及び含水率を算出した。なお、上記の測定は、日本国特開2000-121291号公報の13頁の段落〔0069〕に記載の方法に従って行った。すなわち、25℃相対湿度90%RHの環境下で1時間、吸水剤又は吸水性樹脂を放置した後、上記操作により、含水率を算出した。

【0176】

ここで、上記固形分とは、吸水剤又は吸水性樹脂から、揮発成分(主に水)を除いたときの吸水剤又は吸水性樹脂、つまり吸水剤又は吸水性樹脂の樹脂純分をいい、揮発成分を含んだ吸水剤又は吸水性樹脂の質量に対する上記固形分の質量(固形分量)の割合を、固形分率(質量%)とする。

【0177】

また、上記含水率とは、吸水剤又は吸水性樹脂のうち、吸水剤又は吸水性樹脂に含まれる揮発成分の主成分である水の割合(質量%)であり、100(%)から、上記の固形分率(質量%)を差し引いた値に相当する。

【0178】

〔吸収物品の評価(戻り量及び拡散率)〕

吸収物品全体に荷重2.06kPaをかけ、室温で放置した。吸収物品の中心部に配置した直径50mm、高さ100mmの円筒から、該吸収物品に、37℃に調整した生理食塩水(0.9重量%のNaCl水溶液)75gを入れた。荷重をかけた状態で3時間放置した後、ペーパータオル(製造元:王子製紙株式会社、キッチンタオル エキストラドライ、120mm×450mmに裁断して30枚重ねたもの)を吸収物品上にのせ、その上に、37g/cm<sup>2</sup>(3.63kPa)の荷重を1分間かけて、ペーパータオルに吸収される液量を、戻り量として測定した。

【0179】

続いて、戻り量測定後の吸収物品の不織布の表面シート(液透過性シート)をカッターナイフで切り、吸収物品中のウェブ中で液が拡がった面積を測定し、全体のウェブ面積に対する面積比(百分率%)を拡散率として求めた。

【0180】

〔最大挿入荷重(PIL)、挿入仕事量(PIW)、及び挿入距離(PID)の測定〕  
＜測定サンプル＞

吸水剤又は吸水性樹脂27～30gを、ガラス製の円柱状サンプル管(外径35mm、内径33mm、高さ78mm:例えばマルエム社製、スクリー管No.7等)に入れてよく振盪した後、鉄製の板の上で、1分間、上下にタッピング(3回/秒、振幅10mm)して、上記円柱状サンプル管内の吸水剤又は吸水性樹脂が密に詰められた状態にした。次に、上記円柱状サンプル管に密に詰められた状態で充填された吸水剤又は吸水性樹脂(以下

、粒子層と記載する)の高さが $45\text{ mm} \pm 1.5\text{ mm}$ になるように吸水剤又は吸水性樹脂の量を適宜増減して調整した。このように、吸水剤又は吸水性樹脂の量を調整した場合には、再度よく振盪した後、鉄製の板の上で、1分間、上下にタッピング(3回/秒、振幅 $10\text{ mm}$ )して、吸水剤又は吸水性樹脂を密に充填した状態とした。なお、タッピングについては、タッピング後の粒子層の上面がフラットであり、かつ水平な状態となるようにタッピングを行った。

【0181】

また、PIL、PIW、PIDの測定に際しては、3回の測定値の平均値を採用するため、1回の測定毎に上記粒子層が形成された円柱状サンプル管に蓋をしてよく振盪し、再度鉄製の板の上で、1分間、上記と同様に上下にタッピングを行い、粒子層の上面をフラットでかつ水平な状態の測定サンプルを得た。

【0182】

＜測定装置＞

PIL、PIW、PIDの測定は、図1に示す測定装置10で行った。該測定装置10(カトーテック株式会社製KES-G5ハンディー圧縮試験機、本社;日本国京都市南区)は、圧縮装置11、圧縮装置11の制御を行う制御装置12、圧縮装置11、制御装置12から得られるデータを取り込むコンピュータ13を備え、上記圧縮装置11、制御装置12、コンピュータ13は、ケーブルで連結されている。

【0183】

上記圧縮装置11は、図2に示すように、可動式のステージ3、挿入プローブ(挿入部材)4、可動式のロードセル(力計)5、変位距離検出器6を備えている。

【0184】

上記ステージ3は、吸水剤又は吸水性樹脂(以下、粒子層)1が充填された測定サンプル2を載せる台であり、挿入プローブ4に対して進退可能となっている。また、上記挿入プローブ4は、測定サンプル2内の吸水剤又は吸水性樹脂からなる粒子層1に挿入される金属棒である。本実施例では、上記挿入プローブ4は、図3に示すように、直径 $12.7\text{ mm}$ 、長さ $40\text{ mm}$ で、先端部が半径 $5\text{ mm}$ の球面仕上げにより丸みを有する陽極酸化アルミニウムである。なお、上記挿入プローブ4のJISB0601-1994に従って規格化された表面粗さは、通常、最大高さが $0\sim 10\text{ }\mu\text{ m}$ 、好ましくは $0\sim 1\text{ }\mu\text{ m}$ であり、十点平均粗さが $0\sim 10\text{ }\mu\text{ m}$ 、好ましくは $0\sim 1\text{ }\mu\text{ m}$ であり、中心線平均粗さが $0\sim 5\text{ }\mu\text{ m}$ 、好ましくは $0\sim 1\text{ }\mu\text{ m}$ が用いられる。上記挿入プローブ4は、図3に示すように、ロードセル5(図2)にねじで固定されて取り付けられ、ロードセル5とともに一体となって可動する。

【0185】

さらに、上記ロードセル5は、挿入プローブ4を介して、測定サンプル2内の粒子層1に対し、 $10\text{ kg}$ の荷重を上限として種々の大きさの荷重を与えるものである。上記ロードセル5は、図2に示すように、変位距離検出器6に連結され、測定サンプル2に対して進退可能に設けられている。上記変位距離検出器6は、ロードセル5の移動距離である変位距離を検出する。

【0186】

また、図1に示す上記制御装置12は、挿入プローブ4の挿入速度を調整する挿入スピード調整器、挿入プローブ4から測定サンプル2の粒子層に与えられる荷重を調整する荷重調整器、ロードセル5の変位距離を調整する変位距離調整器、ロードセル5の変位距離を表示する変位距離表示器、測定サンプル2の粒子層に与えられる荷重を表示する荷重表示器、積分計を備えている。

【0187】

さらに、図1に示すコンピュータ13は、圧縮装置11、制御装置12から得られるデータをデジタルデータとして取り込む。該コンピュータ13には、測定サンプル2の粒子層1の上面に接触される挿入プローブ4(すなわち、ロードセル5)の変位距離や、上記粒子層1に与えられる荷重が記録される。

【0188】

## ＜測定条件及び測定方法＞

上記測定装置10を水平で、かつ、振動のない実験台の上に設置し、 $25 \pm 1^\circ\text{C}$ 、相対湿度 $50 \pm 5\%$ の条件に調整された環境下でPIL、PIW、PIDの測定を以下の手順で行った。

【0189】

すなわち、前記した手順で測定サンプル2を用意し、振動を極力与えずに、該測定サンプル2を測定装置10の圧縮装置11（図1）のステージ3上に設置した。続いて、図2に示す挿入プローブ4の先端が、測定サンプル2内の粒子層1の上面に接触する位置までステージ3を上昇させて固定した。この状態を始点（0mm）とした。

【0190】

その後、1mm/秒の挿入速度で挿入プローブ4の先端を粒子層1に侵入させた。該挿入プローブ4の侵入開始と同時に、データの取り込みを0.1秒間隔として測定を開始し、挿入プローブ4の挿入距離と、挿入プローブ4の挿入に要した荷重とを測定した。なお、挿入プローブ4の挿入距離は、上記始点（0mm）～20mm（誤差3%以内）までの範囲内とし、挿入距離0～20mmの範囲内での最大の荷重を最大挿入荷重（PIL）とした。

【0191】

また、図4に示すように、上記にて測定された挿入距離（mm）を横軸とし、測定された荷重（g重又はgf）を縦軸としてグラフを作成し、得られた荷重の値を結ぶ曲線と横軸との領域（図中、斜線で示す領域）を、挿入距離0～20mmの範囲で積分して、挿入距離0～20mmでの挿入プローブ4の挿入による挿入仕事量（PIW）とした。

【0192】

以上の操作を3回繰り返して測定を行い、得られた3つの値の平均値を測定値とした。上記のようにして決定されたPIL、PIWは、いずれも、その値が小さいほど、粒子層1の吸水剤又は吸水性樹脂の粒子としての滑り性が高く、取り扱い性に優れているとみなすことができる。

【0193】

なお、挿入プローブ4の挿入距離が20mmに達する前に、荷重が10,000g重に達した場合には、粉体の流動性が非常に低いとみなすことができるため、挿入プローブ4の挿入距離（PID）のみで評価を行った。なお、PIDのみで評価を行った吸水剤又は吸水性樹脂については、次に述べる復元指数の評価は行わなかった。

【0194】

## 〔復元指数（RI）の測定〕

挿入プローブ4の挿入距離が20mmに到達しても、荷重が10,000g重に達していない測定サンプル2について、下記の手順で復元指数（RI）を算出した。

【0195】

すなわち、前記したPIL、PIW、PIDの測定と同じ条件及び同じ手順で、1回目の測定を行い、20mmの位置まで挿入された挿入プローブ4を、挿入速度と同じ速度で、粒子層1から引き抜き、始点（0mm）の位置まで、挿入プローブ4を移動させる。その後、測定サンプル2及び挿入プローブ4の位置を変えずに、挿入プローブ4を引き抜いたときの状態を維持したまま、1回目と同様の条件で、再び挿入プローブ4を粒子層1に挿入し、1回目の測定と同様に、測定開始から0.1秒間隔で、変位距離及び荷重を記録した。なお、1回目の測定終了から2回目の測定が開始されるまでの時間は、15秒以内とし、この間、振動を与えないようにした。

【0196】

1回目の測定、及び、2回目の測定のそれぞれにて、前記した算出方法でPIWを算出し、下式（式11）に基づいてRIを算出した。

【0197】

$$\text{復元指数RI (\%)} = (2^{\text{nd}} \text{PIW} / 1^{\text{st}} \text{PIW}) \times 100 \quad \cdots (\text{式11})$$



(式中、1<sup>st</sup>PIWは、1回目の測定で得られたPIWを表し、2<sup>nd</sup>PIWは、2回目の測定で得られたPIW(再挿入仕事量)を表す)

以上の操作を3回繰り返して測定を行い、得られた3つの値の平均値を測定値とした。上記のように決定されたRIは、図5に示すように、1回目の挿入プローブ4の挿入によって形成された粒子層1の空隙(挿入プローブ4の挿入痕)を、挿入プローブ4を挿入する前の状態に復元する程度を表す指標となる。

【0198】

すなわち、RI=0%ならば、挿入プローブ4を引き抜いた後も、図5に示すように、粒子層1に挿入プローブ4の挿入痕が明確に認められることになる。これに対し、RI=100%ならば、挿入プローブ4を引き抜くと、図5に示すように、1回目の測定で挿入プローブ4を挿入する前の状態に復元され、粒子層1には挿入プローブ4の挿入痕は認められない状態となる。それゆえ、上記RIが100%に近いほど、吸水剤又は吸水性樹脂の粉体流動性が良好であるとみなすことができる。

【0199】

〔参考例1〕

65モル%の中和率を有するアクリル酸ナトリウムの水溶液5500g(単量体の濃度で38重量%)に、ポリエチレングリコールジアクリレート(エチレンオキシドの平均付加モル数8)5.9gを溶解し、反応液とした。

【0200】

次に、この反応液を、窒素ガス雰囲気下で30分間脱気した。続いて、シグマ型羽根を2本有する内容積10Lのジャケット付きステンレス製双腕型ニーダーに蓋を付けて形成した反応器に、脱気した上記反応液を供給し、該反応液を30℃に保ちながら、窒素ガス置換した。その後、窒素ガス置換した反応液を撹拌しながら、過硫酸ナトリウム2.46g及びL-アスコルビン酸0.10gを水溶液で添加したところ、約1分後に重合が開始された。そして、30℃~90℃で重合を行い、重合を開始して60分後に、含水ゲル状架橋重合体を得た。

【0201】

得られた含水ゲル状架橋重合体は、その径が約5mmに細分化されていた。この細分化された含水ゲル状架橋重合体を50メッシュ(目開き300μm)の金網上に広げ、150℃で90分間熱風乾燥した。得られた乾燥重合体を、振動ミルを用いて粉碎し、さらに20メッシュ(目開き850μm)の金網で分級及び調合することにより、不定形破砕状の吸水性樹脂粒子前駆体(a)を得た。

【0202】

得られた吸水性樹脂前駆体(a)100部に、プロピレングリコール0.5部と、1,4-ブタンジオール0.3部と、水3部とからなる表面架橋溶液を混合した。上記の混合物を200℃で45分間加熱処理することにより、表面架橋処理が施された吸水性樹脂(A)を得た。

【0203】

〔実施例1~3〕

25℃、相対湿度50%RH下にて、参考例1で得られた吸水性樹脂(A)100部に対して、0.3部、0.5部、1部のステアリン酸亜鉛(関東化学株式会社製)をそれぞれレディゲミキサー(レディゲ社製、タイプ:M5R)に投入し、330rpmで15秒間撹拌して、それぞれから、吸水剤(1)・(2)・(3)を得た。

【0204】

添加したステアリン酸亜鉛の粒子径は、走査型電子顕微鏡による写真観察の結果から、粒子直径が約10μm以下であった。また、吸水剤(1)・(2)・(3)の対数標準偏差値σとは0.35で、300μm以上の粒子径を有する吸水性樹脂は、全吸水剤に対して63質量%であった。

【0205】

〔実施例4~6〕

ステアリン酸亜鉛を用いる代わりに、ステアリン酸カルシウム（関東化学株式会社製）を使用する以外は、実施例1～3と同様の操作を行い、吸水剤（4）・（5）・（6）を得た。

【0206】

添加したステアリン酸カルシウムの粒子径は、走査型電子顕微鏡による写真観測の結果から、粒子直径が約 $10\mu\text{m}$ 以下であった。また、吸水剤（4）・（5）・（6）の対数標準偏差値 $\sigma$ とは0.35で、 $300\mu\text{m}$ 以上の粒子径を有する吸水性樹脂は、全吸水剤に対して63質量%であった。

【0207】

〔実施例7〕

参考例1で得られた吸水性樹脂前駆体（a）100部に対して、0.3部のステアリン酸亜鉛（関東化学株式会社製）を、前記したレディゲミキサーに投入し、330rpmで15秒間攪拌した。続いて、上記吸水性樹脂前駆体（a）100部に対する割合で、プロピレングリコール0.5部と、1,4-ブタンジオール0.3部と、水3部とを含む表面架橋溶液を加えて、上記レディゲミキサー中で混合した。上記の混合物を $200^{\circ}\text{C}$ で45分間加熱処理することにより、吸水剤（7）を得た。

【0208】

得られた吸水剤の粒子表面の走査型電子顕微鏡による写真観測の結果から、吸水性樹脂の表面には、粒子径が $5\mu\text{m}$ 以下のステアリン酸亜鉛が均一に付着していた。また、吸水剤（7）の対数標準偏差値 $\sigma$ とは0.40で、 $300\mu\text{m}$ 以上の粒子径を有する吸水性樹脂は、全吸水剤に対して63質量%であった。

【0209】

〔実施例8〕

ステアリン酸亜鉛を0.5部使用する以外は、実施例7と同様の操作を行い、吸水剤（8）を得た。

【0210】

〔比較例1・2〕

ステアリン酸亜鉛を用いる代わりに、親水性二酸化珪素（商品名アエロジル200；日本アエロジル株式会社製）をそれぞれ0.5部、1部使用する以外は、実施例1と同様の操作を行い、比較吸水剤（1）・（2）を得た。

【0211】

〔比較例3・4〕

ステアリン酸亜鉛を用いる代わりに、カオリン粘土（Dry Branch Kaolin社製 Neogen D GH）をそれぞれ0.5部、1部使用する以外は、実施例1と同様の操作を行い、比較吸水剤（3）・（4）を得た。

【0212】

〔比較例5～7〕

吸水性樹脂（A）を用いる代わりに、デンプン-アクリル酸グラフト共重合体であるサンウエットIM1000（三洋化成工業株式会社製）を用い、ステアリン酸亜鉛を用いる代わりに、ステアリン酸カルシウムをそれぞれ1部、3部、10部使用する以外は、実施例1と同様の操作を行い、比較吸水剤（5）・（6）・（7）を得た。比較吸水剤（5）・（6）・（7）の対数標準偏差値 $\sigma$ とは、0.50であった。

【0213】

〔実施例9〕

実施例1で得られた吸水剤（1）25部と、木材粉碎パルプ75部とを、ミキサーを用いて乾式混合した。次いで、得られた混合物を、400メッシュ（目開き $38\mu\text{m}$ ）に形成されたワイヤースクリーン上に、バッチ型空気抄造装置を用いて空気抄造することにより、 $120\text{mm} \times 400\text{mm}$ の大きさのウェブに成形した。さらに、このウェブを圧力196.14kPaで5秒間プレスすることにより、約 $0.05\text{g}/\text{cm}^2$ の吸収体を得た。

## 【0214】

続いて、液不透過性のポリプロピレンからなる、いわゆる背面シート（液不透過性シート）、上記吸収体、及び、液透過性のポリプロピレンからなる不織布の表面シート（液透過性シート）を、両面テープを用いて、この順に互いに貼着することにより吸収物品を得た。

## 【0215】

この吸収物品の重量は50gであった。得られた吸収物品の戻り量及び拡散率は、それぞれ16.2g及び90%であった。

## 【0216】

## 〔実施例10〕

25℃、相対湿度50%RH下にて、参考例1で得られた吸水性樹脂（A）100部、ステアリン酸マグネシウム（関東化学株式会社製）0.01部を、ポリエチレン製の袋に投入し、20分間十分に振盪して攪拌することにより、吸水剤（9）を得た。

## 【0217】

さらに、高温条件下における粉体流動性を調べるために、吸水剤（9）の粉体温度が70～80℃における挿入距離PID、最大挿入荷重PIL、挿入仕事量PIW、復元指数RIを行った。すなわち、円柱状のサンプル管に、得られた吸水剤（9）を充填して蓋をする。このようにして密封されたサンプル管を、80℃の温度に調節された無風乾燥機内に3時間放置し、サンプル管内の吸水剤（9）の温度が80℃になったことを確認した後、上記無風乾燥機からサンプル管を取り出した。取り出したサンプル管の蓋を開け、前述した手法で、挿入距離PID、最大挿入荷重PIL、挿入仕事量PIW、復元指数RIの測定を行った。なお、これらの測定は、上記無風乾燥機からサンプル管を取り出してから2分以内に開始した。

## 【0218】

測定時の吸水剤（9）の温度は、70～80℃であり、挿入距離PIDは20mm、最大挿入荷重PILは450g重、挿入仕事量PIWは4300g重×mm、復元指数RIは77%であった。

## 【0219】

## 〔実施例11〕

25℃、相対湿度50%RH下にて、参考例1で得られた吸水性樹脂（A）100部、パルミチン酸カルシウム（関東化学株式会社製）0.01部を、ポリエチレン製の袋に投入し、20分間十分に振盪して攪拌することにより、吸水剤（10）を得た。

## 【0220】

## 〔実施例12〕

25℃、相対湿度50%RH下にて、参考例1で得られた吸水性樹脂（A）100部、モノステアリン酸アルミニウム（構造式 $\text{Al}(\text{OH})_2(\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COO})$ ）0.2部、カオリン粘土0.1部を、ポリエチレン製の袋に投入し、20分間十分に振盪して攪拌することにより、吸水剤（11）を得た。

## 【0221】

## 〔比較例8〕

参考例1で得られた吸水性樹脂（A）100部に対して、ポリエチレングリコール（分子量400、関東化学株式会社製）0.1部を添加して、比較吸水剤（8）を得た。

## 【0222】

## 〔比較例9〕

吸水剤（1）に代えて、比較吸水剤（1）を使用した以外は、実施例9と同様の操作を行い、比較吸収物品を得た。

## 【0223】

この比較吸収物品の重量は50gであった。得られた比較吸収物品の戻り量及び拡散率は、それぞれ19.5g及び86%であった。

## 【0224】

## 〔参考例2〕

65モル%の中和率を有するアクリル酸ナトリウムの水溶液に代えて、75モル%の中和率を有するアクリル酸ナトリウムの水溶液5500g（単量体の濃度で35重量%）を用い、ポリエチレングリコールジアクリレート（エチレンオキシドの平均付加モル数8）の使用量を2.8g（0.025モル%）とした以外は、参考例1と同様の操作を行い不定形破碎状の吸水性樹脂粒子前駆体（b）を得た。

## 【0225】

得られた吸水性樹脂前駆体（b）100部に、エチレングリコールジグリシジルエーテル0.03部、プロピレングリコール0.5部と、1,4-ブタンジオール0.3部と、水3部とからなる表面架橋溶液を混合した。上記の混合物を200℃で40分間加熱処理することにより、表面架橋処理が施された吸水性樹脂（B）を得た。

## 【0226】

## 〔実施例13〕

25℃、相対湿度50%RH下にて、参考例2で得られた吸水性樹脂（B）100部、ステアリン酸アルミニウム（構造式 $\text{Al}(\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COO})_3$ 、和光純薬株式会社製）0.3部をレディゲミキサー（レディゲ社製、タイプ：M5R）に投入し、330rpmで15秒間攪拌して、吸水剤（12）を得た。

## 【0227】

## 〔結果〕

得られた吸水性樹脂（A）・（B）、吸水剤（1）～（12）、比較吸水剤（1）～（8）について、表面架橋剤、吸水剤、比較吸水剤の全重量に対する、106μm以上850μm未満の粒子径を有する粒子の割合（wt%）、重量（質量）平均粒子径（D50（μm））、無加圧下での吸収倍率（GV）、水可溶性成分量（可溶分量（%））を、表1に示す。

## 【0228】

また、吸湿後の含水率、衝撃力を与える前後における吸湿流動性指数、吸湿流動性保持指数を表2に示す。さらに、衝撃力を与える前後における加圧下吸収倍率AAP1（g/g）・AAP2（g/g）、第一及び第二の加圧下吸収倍率保持指数を表3に示す。また、25℃の温度条件下にて、衝撃力を与える前後における挿入距離PID、最大挿入荷重PIL、挿入仕事量PIW、復元指数RIを表4に示す。

## 【0229】

【表1】

	106~850 $\mu$ mの 粒子径の割合 (wt%)	D50 ( $\mu$ m)	GV ((g/g)	可溶分量 (%)
吸水剤(1)	95	368	34.7	17.0
吸水剤(2)	95	370	35.4	17.0
吸水剤(3)	95	370	34.0	17.0
吸水剤(4)	96	370	35.0	17.0
吸水剤(5)	94	370	35.0	17.0
吸水剤(6)	96	370	34.0	17.0
吸水剤(7)	96	374	35.0	17.0
吸水剤(8)	97	375	34.0	18.0
吸水剤(9)	95	370	34.0	17.0
吸水剤(10)	95	370	34.0	17.0
吸水剤(11)	95	370	34.0	17.0
吸水剤(12)	97	440	42.0	25.0
吸水性樹脂(A)	95	365	35.1	18.0
吸水性樹脂(B)	97	440	42.0	25.0
比較吸水剤(1)	95	366	35.4	17.0
比較吸水剤(2)	95	365	34.7	17.0
比較吸水剤(3)	96	368	33.5	17.0
比較吸水剤(4)	96	372	33.4	18.0
比較吸水剤(5)	80	310	47.4	12.2
比較吸水剤(6)	80	310	46.6	12.0
比較吸水剤(7)	80	305	46.5	13.0
比較吸水剤(8)	94	370	34.5	17.0

【0230】

【表2】

	吸湿後の 含水率(%)	衝撃力を与える前の 吸湿流動性指数	衝撃を与えた後の 吸湿流動性指数	吸湿流動性保持指数
吸水剤(1)	23	99.3	100.0	1.01
吸水剤(2)	22	100.0	100.0	1.00
吸水剤(3)	24	100.0	100.0	1.00
吸水剤(4)	23	99.3	100.0	1.01
吸水剤(5)	18	100.0	100.0	1.00
吸水剤(6)	19	100.0	100.0	1.00
吸水剤(7)	25	93.0	92.0	0.99
吸水剤(8)	24	100.0	100.0	1.00
吸水剤(9)	23	25.0	14.0	0.56
吸水剤(10)	16	27.0	15.0	0.56
吸水剤(11)	18	91.0	94.0	1.03
吸水剤(12)	20	94.0	98.0	1.04
吸水性樹脂(A)	20	46.3	10.6	0.23
吸水性樹脂(B)	21	16.3	3.0	0.18
比較吸水剤(1)	25	90.0	43.0	0.48
比較吸水剤(2)	23	88.1	79.7	0.90
比較吸水剤(3)	22	95.8	42.0	0.44
比較吸水剤(4)	23	94.9	86.7	0.91
比較吸水剤(5)	24	45.7	46.0	1.01
比較吸水剤(6)	23	82.0	85.0	1.04
比較吸水剤(7)	25	88.5	89.1	1.01
比較吸水剤(8)	21	18.0	5.0	0.28

【0231】

【表3】

	衝撃力を与える 前のAAP1(g/g)	衝撃力を与えた 後のAAP1(g/g)	第一の加圧下吸 収倍率保持指数	衝撃力を与える 前のAAP2(g/g)	衝撃力を与えた 後のAAP2(g/g)	第二の加圧下吸 収倍率保持指数
吸水剤(1)	32.1	31.1	0.97	20.2	19.2	0.95
吸水剤(2)	34.3	32.9	0.96	19.7	19.2	0.97
吸水剤(3)	34.1	33.0	0.97	19.9	19.6	0.98
吸水剤(4)	32.1	31.1	0.97	22.0	19.6	0.89
吸水剤(5)	32.2	30.9	0.96	20.1	19.5	0.97
吸水剤(6)	32.4	31.1	0.96	19.6	19.4	0.99
吸水剤(7)	32.2	31.4	0.98	19.6	19.4	0.99
吸水剤(8)	33.3	33.1	0.99	19.8	19.7	0.99
吸水剤(9)	33.4	32.7	0.98	22.1	20.0	0.90
吸水剤(10)	33.7	32.2	0.96	22.4	20.3	0.91
吸水剤(11)	32.9	32.7	0.99	22.2	21.0	0.95
吸水剤(12)	31.0	28.2	0.91	19.5	17.7	0.91
吸水性樹脂(A)	35.1	30.9	0.88	23.0	19.9	0.87
吸水性樹脂(B)	36.1	31.1	0.86	21.5	18.3	0.85
比較吸水剤(1)	29.1	19.9	0.68	15.5	13.7	0.88
比較吸水剤(2)	28.4	18.7	0.66	14.9	12.2	0.82
比較吸水剤(3)	29.9	20.8	0.70	16.0	13.0	0.81
比較吸水剤(4)	27.3	21.1	0.77	12.0	11.0	0.92
比較吸水剤(5)	15.0	14.0	0.93	12.0	11.0	0.92
比較吸水剤(6)	16.3	14.2	0.87	13.0	12.0	0.92
比較吸水剤(7)	17.0	16.9	0.99	15.0	14.0	0.93
比較吸水剤(9)	32.5	28.6	0.88	23.1	20.0	0.87

【0232】

【表4】

	衝撃力を与える前		衝撃力を与えた後					
	PID mm	PIL g重	PIW g重×mm	RI %	PID mm	PIL g重	PIW g重×mm	RI %
吸水剤(1)	20	337	3050	75	20	276	2500	76
吸水剤(2)	20	337	3050	75	20	276	2500	76
吸水剤(3)	20	315	2950	76	20	270	2450	76
吸水剤(4)	20	294	2750	71	20	310	2900	72
吸水剤(5)	20	315	2950	76	20	270	2450	76
吸水剤(6)	20	273	2400	75	20	235	2200	76
吸水剤(7)	20	397	3800	76	20	200	1950	76
吸水剤(8)	20	334	3000	72	20	210	1900	74
吸水剤(9)	20	510	4800	77	20	285	2750	76
吸水剤(10)	20	450	4250	75	20	235	2050	76
吸水剤(11)	20	425	4050	68	20	410	3800	71
吸水剤(12)	20	260	2450	72.0	20.0	207	1950	73
吸水性樹脂(A)	9	over10000	—	—	9.3	over10000	—	—
吸水性樹脂(B)	11	over10000	—	—	11	over10000	—	—
比較吸水剤(1)	7.7	over10000	—	—	8	over10000	—	—
比較吸水剤(2)	6.8	over10000	—	—	7.1	over10000	—	—
比較吸水剤(3)	7.2	over10000	—	—	7.4	over10000	—	—
比較吸水剤(4)	6.5	over10000	—	—	6.7	over10000	—	—
比較吸水剤(5)	20	315	2950	76	20	270	2450	76
比較吸水剤(6)	20	294	2750	71	20	310	2900	72
比較吸水剤(7)	20	315	2950	76	20	270	2450	76
比較吸水剤(8)	20	2750	20000	8	20	2545	20150	9

## 【0233】

なお、発明を実施するための最良の形態の項においてなした具体的な実施態様又は実施例は、あくまでも、本発明の技術内容を明らかにするものであって、そのような具体例にのみ限定して狭義に解釈されるべきものではなく、本発明の精神と次に記載する特許請求の範囲内で、いろいろと変更して実施することができるものである。

## 【産業上の利用可能性】

## 【0234】

本発明の粒子状吸水剤は、吸湿時の流動性に優れ、優れた吸収特性を示すため、種々の吸収物品として用いることができる。具体的には、近年成長の著しい大人用紙オムツをはじめ、子供用オムツや生理用ナプキン、いわゆる失禁パッド等の衛生材料等として好適に用いることができる。本発明の吸収物品を用いれば、該吸収物品内に存在する粒子状吸水剤からの、吸収された水性溶液の戻り量を少なくすることができるので、吸水後もドライ



感に優れ、吸収物品を装着している本人、介護の人々の負担を大きく低減することができる。

【図面の簡単な説明】

【0235】

【図1】本発明の粒子状吸収剤について、最大挿入荷重、挿入仕事量、及び挿入距離を測定するための測定装置の構成を示す概略斜視図である。

【図2】上記測定装置に備えられる圧縮装置の要部を示す正面図である。

【図3】上記圧縮装置に備えられる挿入プローブを示す正面図である。

【図4】挿入プローブの各挿入距離での、該挿入プローブの粒子層への挿入に要した荷重の変化の一例を示すグラフである。

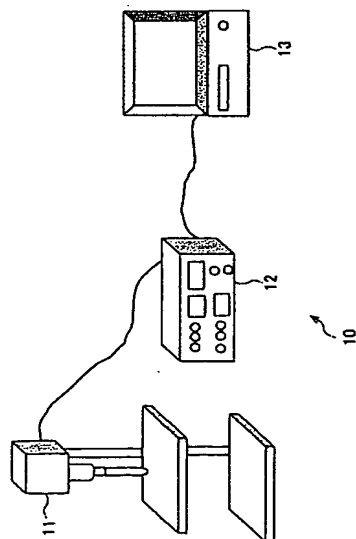
【図5】復元指数の測定の様子を示す概念図である。

【符号の説明】

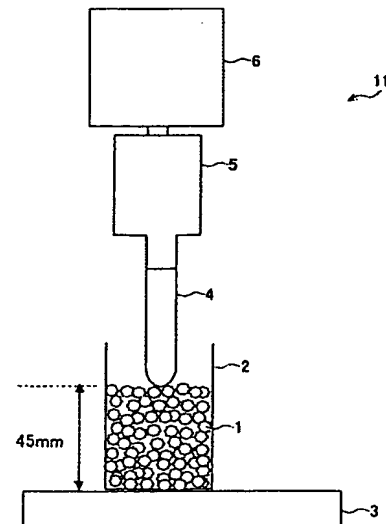
【0236】

- 1 粒子層
- 2 測定サンプル
- 3 ステージ
- 4 挿入プローブ（挿入部材）
- 5 ロードセル（力計）
- 6 変位距離検出器
- 10 測定装置
- 11 圧縮装置
- 12 制御装置
- 13 コンピュータ

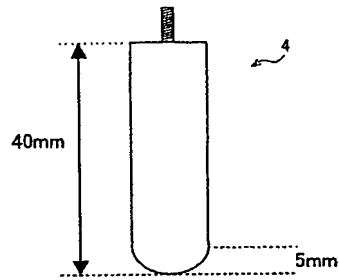
【図1】



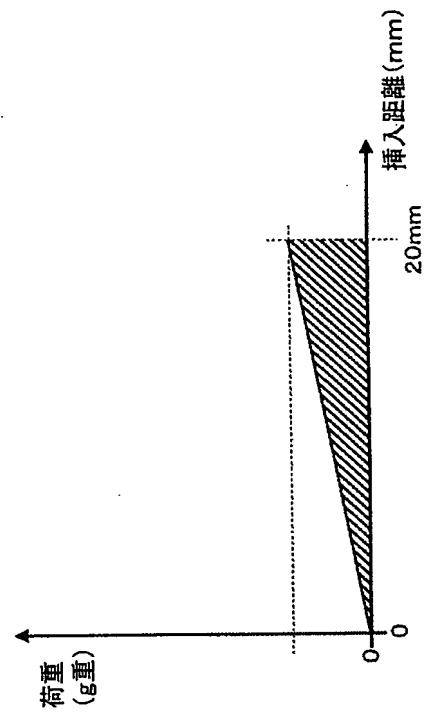
【図2】



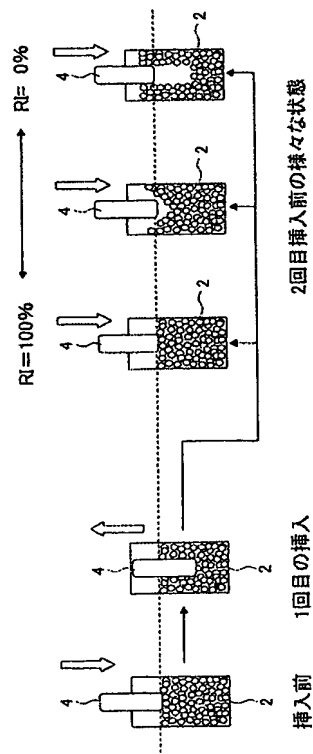
【図3】



【図4】



【図5】



(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

A 6 1 L 15/60  
C 0 8 K 5/098  
C 0 8 L 101/14

F I

A 6 1 F 13/18 3 0 7 A  
A 6 1 F 13/18 3 0 7 B

テーマコード (参考)

(72)発明者 野木 幸三

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖 9 9 2 番地の 1 株式会社日本触媒内

Fターム(参考) 3B029 BA18

4C003 AA23 AA24

4C098 AA09 CC02 DD05 DD17 DD24

4G066 AA16D AA17D AA18D AA20D AC01B AC02B AC12B AC13B AC16B AC17B

AD01B AD11B AD15B AE05B BA09 BA28 CA43 DA13 EA05 FA07

4J002 BG011 BG041 BG101 BG131 BN011 EG036 EG046 FD176 FD206 GB00

GC00



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**